

INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO  
DE PLANTAS SIDERURGICAS.

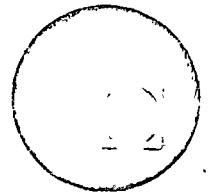
FECHA	DURACION	TEMA	PROFESOR
25 Nov.	2 1/2 hs.	INTRODUCCION AL CURSO	ING. ERNESTO HERRERA MEDINA ING. LUIS R. OLIMON GUEREÑA.
		PLATICAS TECNICAS SIDERURGICAS	ING. MANUEL SANCHEZ RUBIO
26 "	"	MEDICION DEL FLUJO, DESPLAZAMIENTO POSITIVO, TRASMISORES DE PRESION, DIAGRAMA DE BLOQUES, TRATAMIENTO DE AGUAS	ING. DANIEL CURIEL VILLASEÑOR
27 "	"	TEORIA PH , OXI-REDUCCION (ORP). DESCRIPCION CON EQUIPO COMPLETO Y SU INSTALACION	ING. DANIEL CURIEL VILLASEÑOR
28 "	"	TEORIA OXIGENO DISUELTO, CONDUCTIVIDAD. DESCRIPCION CON EQUIPO COMPLETO Y SU INSTALACION	ING. DANIEL CURIEL VILLASEÑOR
29 "	"	PLANTAS DE OXIGENO, DIAGRAMA DE BLOQUES. FORMULA BASICA PARA MEDICION DE FLUJO. CELDAS DE PRESION DIFERENCIAL ELECTRONICAS E INSTALACION.	ING. MANUEL SANCHEZ RUBIO
2 Dic.	"	TERMOSONDAS, TEORIA, TIPOS Y SU APLICACION DE LAS TERMOSONDAS. ANALIZADORES DE O <sub>2</sub> , N <sub>2</sub> , NO <sub>3</sub> .	ING. MANUEL SANCHEZ RUBIO
3 "	"	PLANTAS DE FUERZA Y DE VAPOR, DIAGRAMA DE BLOQUES. PIROMETRIA. TEORIA DE LA PIROMETRIA. TERMOPARES, CLASIFICACION, APLICACIONES, E INSTALACION.	ING. LUIS R. OLIMON GUEREÑA
4 "	"	CONTROLADORES, SUPERVISORES DE COMBUSTION. GOBERNADORES, TACOMETROS, CABLEADO, INTERCONEXION E INSTALACION DE LOS INSTRUMENTOS.	ING. LUIS R. OLIMON GUEREÑA
5 "	"	MINAS Y FERRODUCTO, CELDAS MAGNETICAS PARA MEDIR FLUJO. INDICADORES DE NIVEL EN TOLVAS.	ING. LUIS R. OLIMON GUEREÑA.

INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO  
DE PLANTAS SIDERURGICAS

FECHA	DURACION	TEMA	PROFESOR
6 Dic.	2 1/2 hs.	ALTO HORNO. DIAGRAMA DE BLOQUES. HUMEDAD POR RADIACION GAMA. ELEMENTOS CONVERTIDORES.	ING. ERNESTO HERRERA MEDINA
9 "	"	ACERACION ( B.O.F. ). SISTEMA DE MEDICIONES PRINCIPALES (MEDICION DE LA TEMPERATURA CON LANZA, ESPECTOGRAFO DE MASA). - SISTEMA DE PESADO ELECTRONICO	ING. LUIS R. OLIMON GUEREÑA ING. JORGE GUERRERO TELLO.
10 "	"	ACERACION. COLADA CONTINUA. CONTROL DE NIVEL DEL MOLDE. DIAGRAMA DE BLOQUES. -- SISTEMAS DE NIVEL RADIOACTIVOS	ING. LUIS R. OLIMON GUEREÑA ING. JORGE GUERRERO TELLO.
11 "	"	TEORIA DE CONTROL. TEORIA DE AJUSTE.	ING. ERNESTO HERRERA MEDINA
12 "	"	APLICACION DE CONTROL ( ESTATICO Y DINAMICO).	ING. ERNESTO HERRERA MEDINA.
		CONTROL DINAMICO	DR. SERGIO TRAPOTE ALVAREZ.
13 "	"	MESA REDONDA.	



centro de educación continua  
facultad de ingeniería, unam  
INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO DE PLANTAS  
SIDERURGICAS.



DESCRIPCION DE UNA PLANTA SIDERURGICA

ING. MANUEL SANCHEZ RUBIO

DESCRIPCION DE UNA PLANTA SIDERURGICA

POR: ING. MANUEL SANCHEZ RUBIO

NOVIEMBRE DE 1974.



## CONTENIDO

## I.- INTRODUCCION

## II.- MATERIAS PRIMAS

## III.- AREAS RELEVANTES

1.- TRITURACION

2.- CONCENTRADORA

3.- PELETIZADORA

4.- ALTO HORNO

5.- PLANTA DE ACERACION

6.- COLADA CONTINUA

7.- PRODUCTOS

## IV.- AREAS AUXILIARES

1.- PLANTA DE OXIGENO

2.- PLANTA DE FUERZA Y VAPOR

3.- TRATAMIENTO DE AGUAS

4.- COQUIZADORA

5.- PLANTA DE CAL

6.- LABORATORIOS

7.- MANTENIMIENTO

8.- ALMACENES

9.- OFICINAS

## V.- BIBLIOGRAFIA

## I.- INTRODUCCION

En este trabajo se tratará de explicar de una manera sucinta y general el proceso de obtención de aceros, debido a que es un curso encaminado al estudio de los diversos modos de medición de las variables que intervienen en este proceso así como la inclusión de un tema muy interesante que es la teoría del control.

La explicación del proceso, comprenderá entonces, la descripción de las partes más importantes destacando el papel que desempeña cada una de estas partes con el objeto de conocer los puntos en donde deba efectuarse una medición y obtener, así, una información útil para prever la calidad de los productos intermedios y finales terminados.

## II.- MATERIAS PRIMAS

Las materias primas pueden clasificarse de dos tipos: el primero comprende a aquel grupo que va a dar origen al acero. Este grupo está integrado por los diversos minerales de hierro naturales, la chatarra y diversos desperdicios industriales ferrosos. El otro grupo comprende a aquellas materias primas que intervienen en el proceso de refinación pero que no va a formar parte de la composición del producto terminado. Dentro de este grupo, se incluyen también, a aquellas materias primas que son necesarias en las plantas auxiliares, como por ejemplo, zeolitas, ácidos y sales para la planta de tratamiento de aguas, etc.

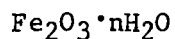
Los minerales de hierro más importantes son:

**METEORITOS.**- Tienen un contenido de 3 a 30 % de níquel.

**MAGNETITA.**- Es un óxido ferroso férrico  $Fe_3O_4$

**HEMATITA.**- Óxido férrico  $Fe_2O_3$

**LIMONITA.**- Óxido férrico con agua de cristalización



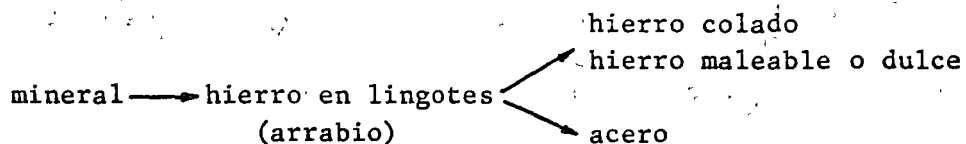
**SIDERITA y CHABILITA.**- Carbonatos ferrosos con diferente es-

tructura cristalina  $FeCO_3$

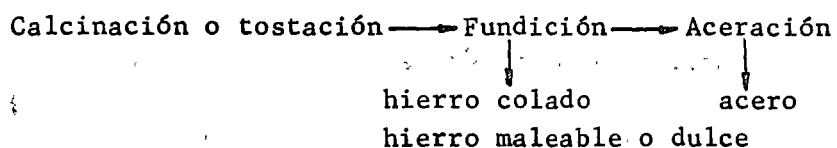
**PIRITA.**- Sulfuro ferroso  $FeS$

## III.- AREAS RELEVANTES

La metalurgia del hierro comprende, esquemáticamente, las siguientes conversiones:



Las etapas de conversi3n se efectúan mediante:



La Fig. 1 expresa, por medio de bloques, el flujo del proceso completo de la metalurgia del hierro. Los bloques más recargados de tinta indican las etapas del proceso siderúrgico (áreas relevantes) y los otros bloques expresan los servicios necesarios para poder llevar a cabo el proceso (áreas auxiliares). En este diagrama, las materias primas y productos se localizan fuera de los bloques. La explicación de este diagrama se irá haciendo con cierto detalle en los subcapítulos que vienen en seguida.

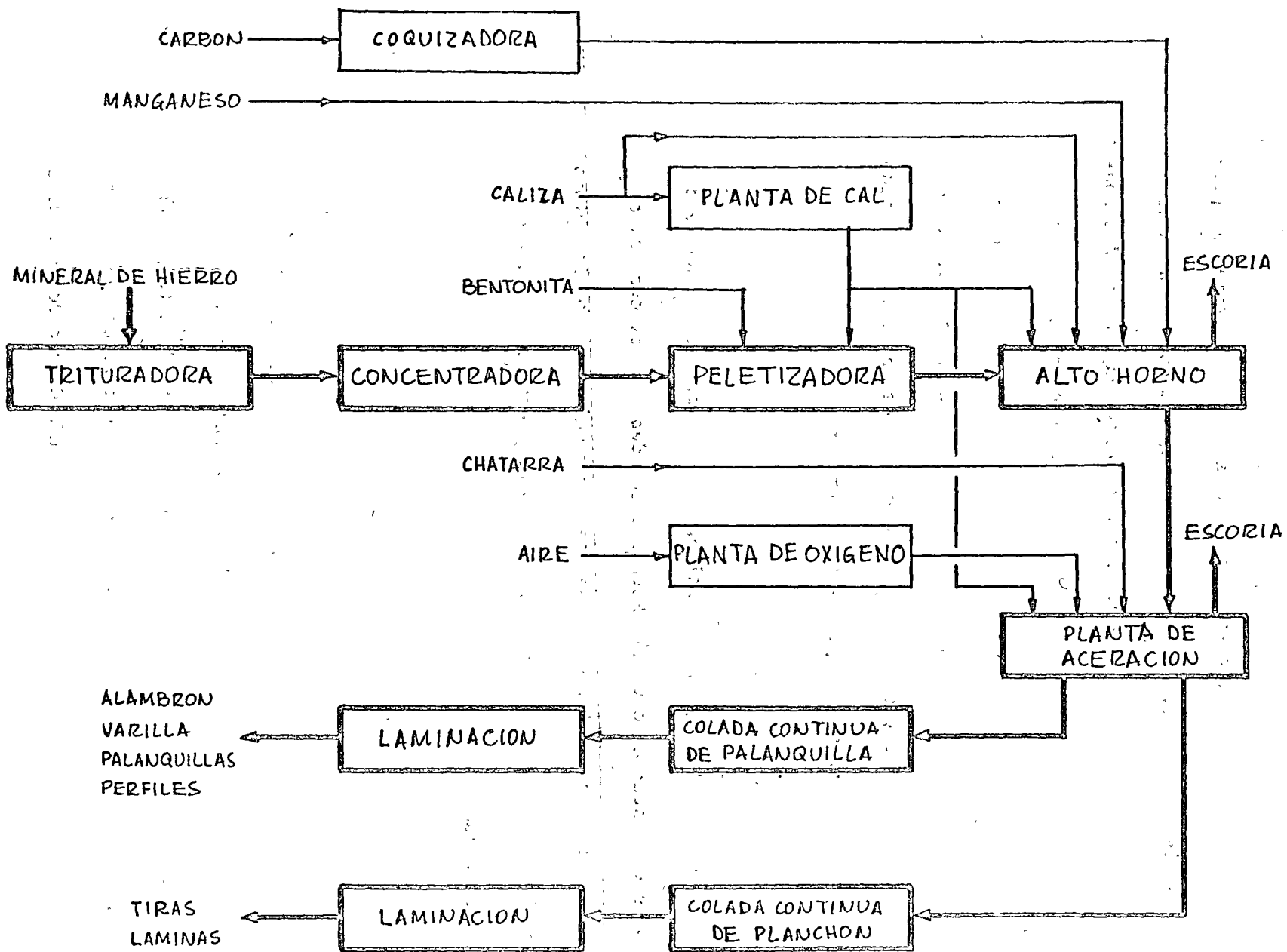


FIG. 1.- DIAGRAMA DE BLOQUES DEL PROCESO METALURGICO DEL HIERRO

6/26

### 1.- TRITURACION.-

El mineral que se extrae de la mina no es directamente aprovechable sino que se requiere de una preparación previa. Esta -- preparación consiste en someterlo a trituración y a lavados con agua para poderle quitar el cuarzo y productos alcalino térreos que generalmente trae consigo. En la planta de trituración, el mineral es finamente dividido contando para ello con molinos de barras, de bolas y cribas para mallar. Por medio de transportadores de banda pasa a la planta concentradora.

### 2.- PLANTA CONCENTRADORA.-

En esta planta, al material previamente triturado, se le separa del material estéril. Esta sección debe contar con tolvas, transportadores, sistema de separación magnética primaria, hidro ciclones, etc, El contenido de hierro del concentrado es ahora - de alrededor de 68 %.

### 3.- PELETIZADORA.-

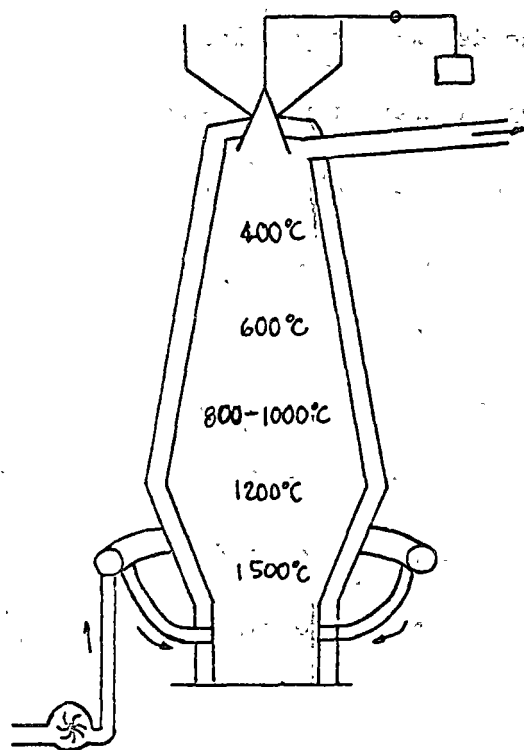
Al concentrado obtenido en la planta concentradora, así húmedo, se le agregan ingredientes tales como escoria del alto horno, escoria de aceración, escamas de los laminadores y caliza, lo cual forma la alimentación para la planta peletizadora (empastilladora). En esta planta se obtienen los llamados pélets verdes (pastillas de unos 20 mm de espesor) que después de secados y endure-

cidos (calcinados o tostados) constituyen el compuesto que requiere el sistema de alimentación al alto horno. En la calcinación se elimina el resto del agua, agua de cristalización como la que contiene la limonita, dióxidos de azufre, carbono y de arsénico. El óxido ferroso es convertido a óxido férrico.

#### 4.- ALTO HORNO.-

En los altos hornos se lleva a cabo la reducción de los óxidos férricos obtenidos en la etapa anterior a hierro metálico mediante el uso de carbón.

El alto horno consiste en una cubierta exterior de láminas de acero forradas interiormente con ladrillos refractarios. La altura puede ser desde 20 m hasta 35 m - siendo la mayor anchura



de alrededor de unos 8 m o más. La boca o tragante se cierra con una doble tapa cónica por donde se alimenta intermitentemente la carga mineral junto con la caliza calcinada. La parte inferior del horno se estrecha gradualmente hasta el hogar o crisol en la base. Esta contiene orificios por donde se introducen sopletes de hierro enfriados con agua (toberas) por las cuales se

FIG. 2.- ALTO HORNO

hace entrar aire proveniente de una tubería anular.

El hogar contiene un orificio tapado con arcilla por donde el hierro fundido sale periódicamente a moldes de arena sobre la tierra o carros transportadores. Por un orificio a un nivel más alto se produce la sangría de escoria.

Para cada tonelada de hierro se necesita aproximadamente:

2 1/2 ton de mineral

1 ton de carbón mineral (llega a usarse también coque obtenido en la industria del petróleo)

8 - 12 Ton de piedra caliza para la formación de escoria

3 - 5 ton de aire previamente calentado de 700 a 800°C

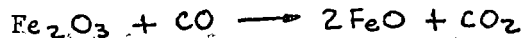
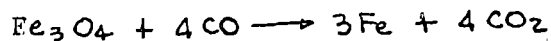
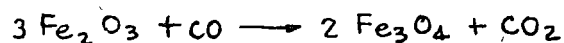
La forma como se funde el mineral es la siguiente: el coque se quema con el aire produciéndose monóxido de carbono y calor por lo que la parte inferior del horno llega a estar muy caliente por reducción del óxido, y así fundido, fluye hacia abajo y también mezcla de mineral y carbón, va bajando hacia la zona caliente. El alto horno trabaja continuamente y el monóxido de carbono que sale de él calienta al aire que sirve para soplar al horno. Debido a que la escoria es una mezcla de silicatos y de óxidos puede servir para formar los pélets y el exceso usarse para fabricar ladrillo (especie de tabique ligero) y cemento Portland de hierro.

Los pélets pueden ser ácidos por su contenido de sílice ( $\text{SiO}_2$ )



y de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), o básica por su contenido de cal viva ( $\text{CaO}$ ) por lo que hay que agregar en el alto horno cal viva, si es ácida o sílice si es básica.

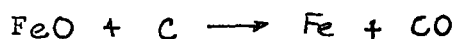
El perfil de temperaturas que se tiene en el alto horno va desde  $200^\circ\text{C}$  en la parte superior hasta unos  $2000^\circ\text{C}$  en el fondo. En las capas superiores el mineral se reduce por el monóxido de carbono puesto que a unos  $700^\circ\text{C}$  el monóxido de carbono es un agente mejor reductor que el propio carbón. Las reacciones son exotérmicas y son:



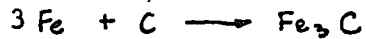
En esta zona el mineral alcanza un estado de hierro esponja. El bióxido de carbono emerge hacia arriba por lo que se evitan las reacciones reversibles que pudieran efectuarse a altas temperaturas. Debido a la inestabilidad termodinámica del CO abajo de  $700^\circ\text{C}$  algo de él se descompone



el carbón producido se deposita en el mineral siendo arrastrado el  $\text{CO}_2$  con el que proviene de abajo. Esta reacción es endotérmica generando una zona más fría hacia arriba. En la zona inmediata inferior se produce la siguiente reacción



Arriba de  $1000^\circ\text{C}$  el hierro puede reaccionar con el carbón para formar el carburo

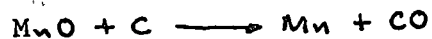
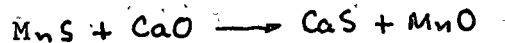
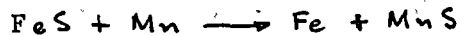


Así como el hierro se va sumergiendo en las zonas más calientes va tomando más carbón y su punto de fusión (del carburo) va bajando y el hierro líquido tiene más oportunidad de ir aceptando más carbón hasta que llega al fondo.

Otra gran variedad de reacciones químicas suceden en la zona de escoriación, la cual, es en su gran parte, silicato de calcio ( $\text{CaSiO}_3$ ). El azufre del coque es capturado por el hierro y transferido a la escoria bajo condiciones básicas y a alta temperatura



El manganeso es un material que ayuda a la separación del azufre formándose compuestos de manganeso en la escoria



En la zona de más alta temperatura ( $T > 1500^\circ\text{C}$ ) los fosfatos en el mineral se reducen a fósforo el cual se combina con el hierro para dar el fosfuro  $\text{Fe}_3\text{P}$ . La sílice ( $\text{SiO}_2$ ) que está siempre presente se reduce a silicio (Si) formando una solución de ferro-silicio. El arrabio que se obtiene contiene (cifras -- aproximadas) 4 % de carbón, 2.5 % de manganeso, 2.5 % de silicio,

2 % de fósforo y 0.1 % de azufre. Estas cifras dependen, desde luego, de las condiciones de operación y de los minerales empleados. Este arrabio es frágil y tiene un punto de fusión bien definido. Cerca del 85 % se convierte a acero.

#### 5.- PLANTA DE ACERACION.-

El proceso de aceración es un proceso por el cual se refina el arrabio por la separación de las impurezas oxidables en un ambiente oxidante (aire u oxígeno). El oxígeno puede introducirse de varias maneras en el arrabio fundido. En el convertidor Bessemer el aire se sopla por orificios localizados en el fondo y el calor de oxidación de las impurezas es suficiente para que el metal ~~fundido~~ se mantenga fundido. Se agrega chatarra en caso de que la temperatura se vaya hacia arriba. Más recientemente se usa oxígeno diluido con vapor de agua en vez de aire para evitar la contaminación del hierro con el nitrógeno. El proceso Rotor introduce aire y oxígeno al metal fundido a través de tubos de acero. El proceso LD (Linz-Donnawitz) (que es un sistema austriaco), sopla oxígeno a la superficie del metal por medio de unos tubos refrigerados con agua (lanzas) y al convertidor se le denomina tipo BOF (Basic Oxygen Furnace) (ver Fig. 3). Estas operaciones son efectivas para separar el carbón como monóxido de carbono así como al silicio y al manganeso como óxidos los cuales flo

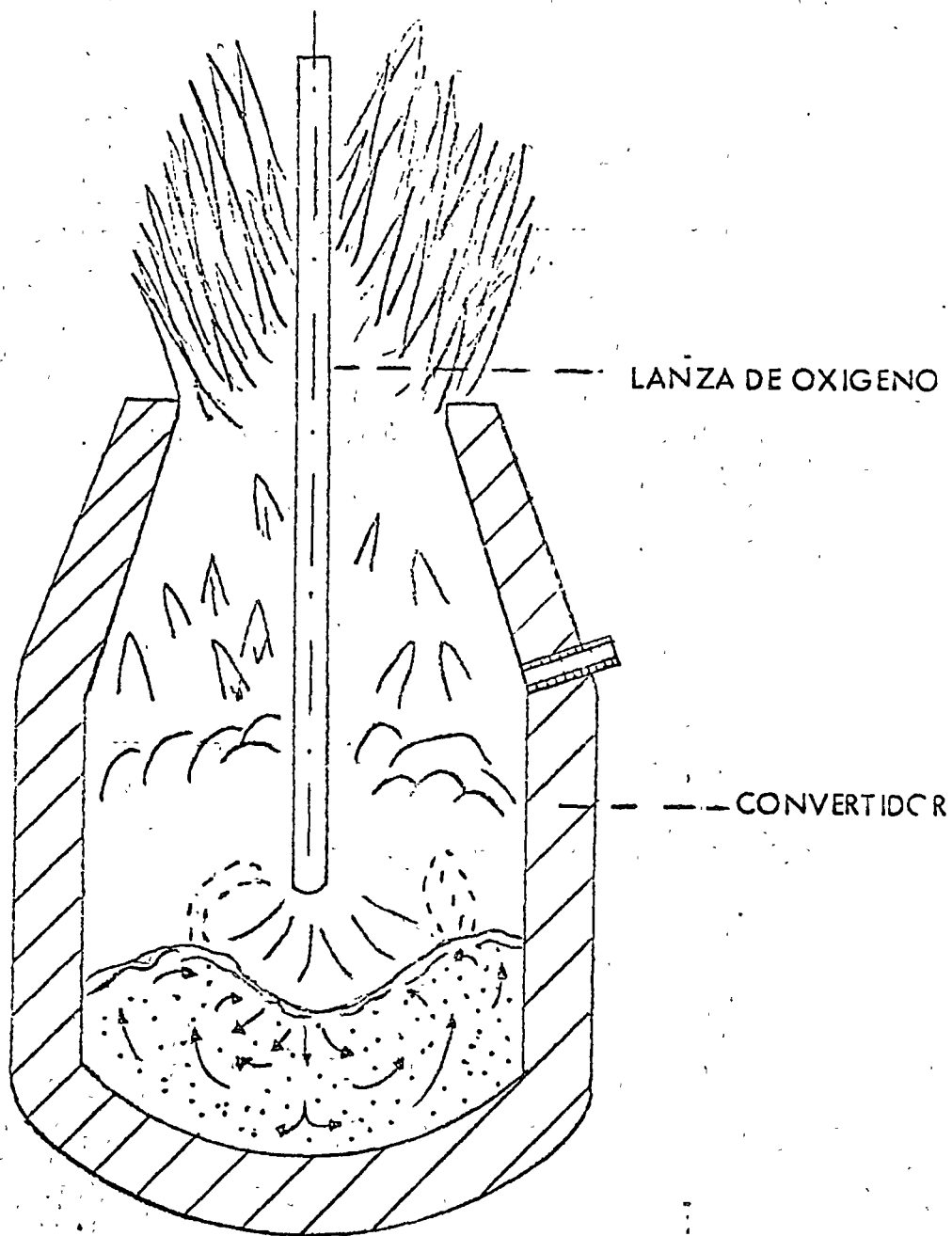
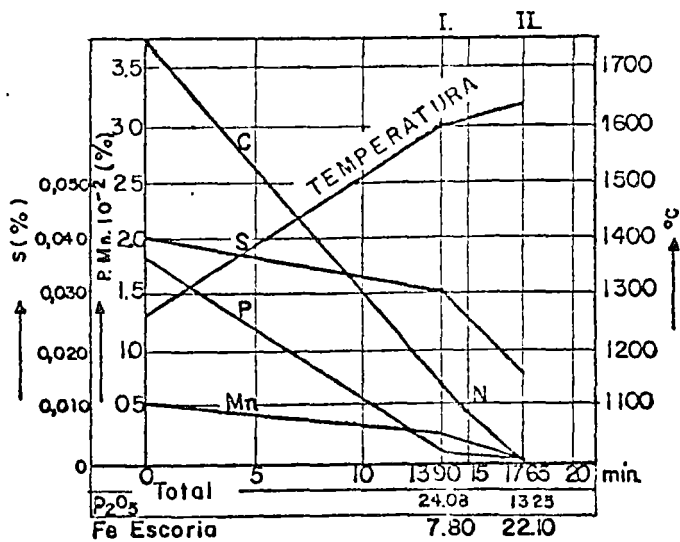


FIG.3.-SOPLO EN EL CONVERTIDOR

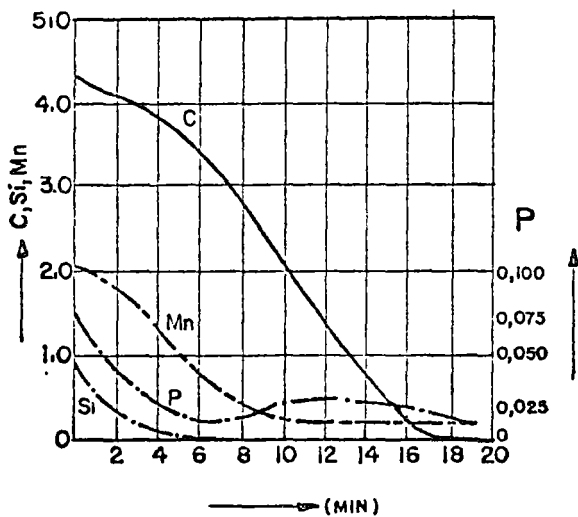
tan y entran a formar parte de la escoria. El azufre y el fósforo, sin embargo, no se separan fácilmente de este modo debido a que sus óxidos no son más estables que los óxidos de hierro a la temperatura de trabajo por lo que debe usarse una escoria tipo básica. El fósforo se disolverá en la escoria básica en presencia de un exceso de oxígeno para formar fosfatos. El azufre pasa del metal a la escoria como iones sulfuro. Esta operación se efectúa recubriendo el interior del convertidor con dolomita calcinada ( $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ ). Ver gráficas 1 y 2.

La separación de impurezas gaseosas y no-metálicas en el acero puede efectuarse por un degasado al vacío. En este tratamiento el acero se funde al alto vacío; el proceso es particularmente útil para producir aceros forjados y de aleaciones de alta calidad. Lo más común es que si al estarse vaciando el metal se observa muy efervescente se agrega al molde unos trozos de aluminio formándose  $\text{Al}_2\text{O}_3$  que es muy insoluble y tiende a acumularse como escoria en la parte superior. Ver fig. 4 y 5

El acero contiene generalmente entre 0.5 y 1.5 % de carbón combinado. Una propiedad importante del acero es que puede ser endurecido calentándolo al rojo e inmediatamente después un enfriamiento brusco en agua o en aceite. Lo quebradizo del acero puede eliminarse templándolo o sea calentándolo durante un cierto tiempo a unos  $300^\circ\text{C}$ . Existe una gran variedad de aceros. --- Aquellos que contienen cerca de un 2.5 % de silicio son duros y elásticos encontrando aplicación en la fabricación de resortes y



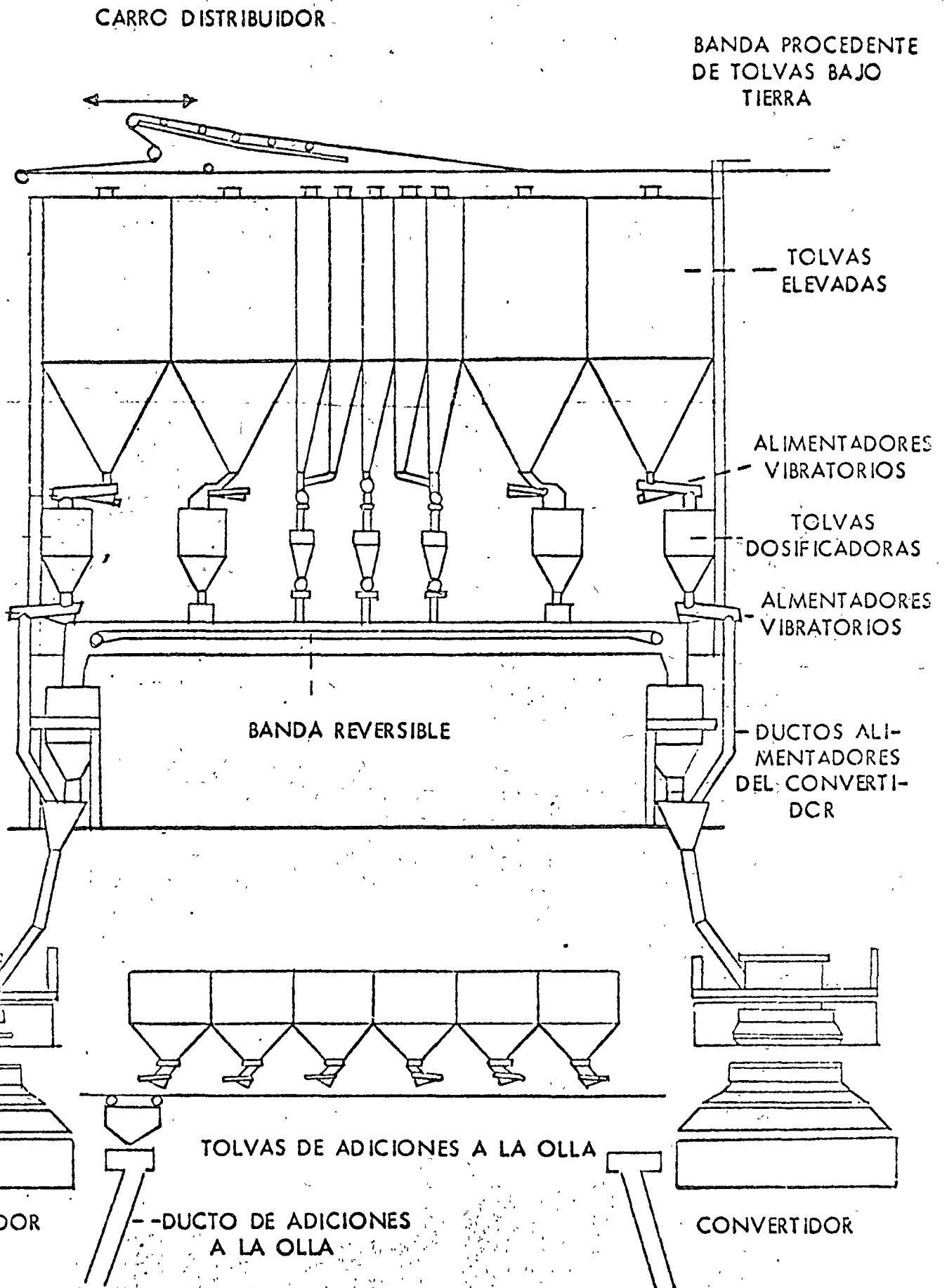
Gráf. 1.- MARCHA ESQUEMATICA DE UNA CARGA LDAC.



Gráf. 2.- CURSO DE UNA CARGA EN EL CONVERTIDOR DE OXIGENO. DURINGE LA REFINACION DE UN ARRABIO CON BAJO CONTENIDO DE FOSFORO.

FIG. 4 SISTEMA DE ADITIVOS

16/26



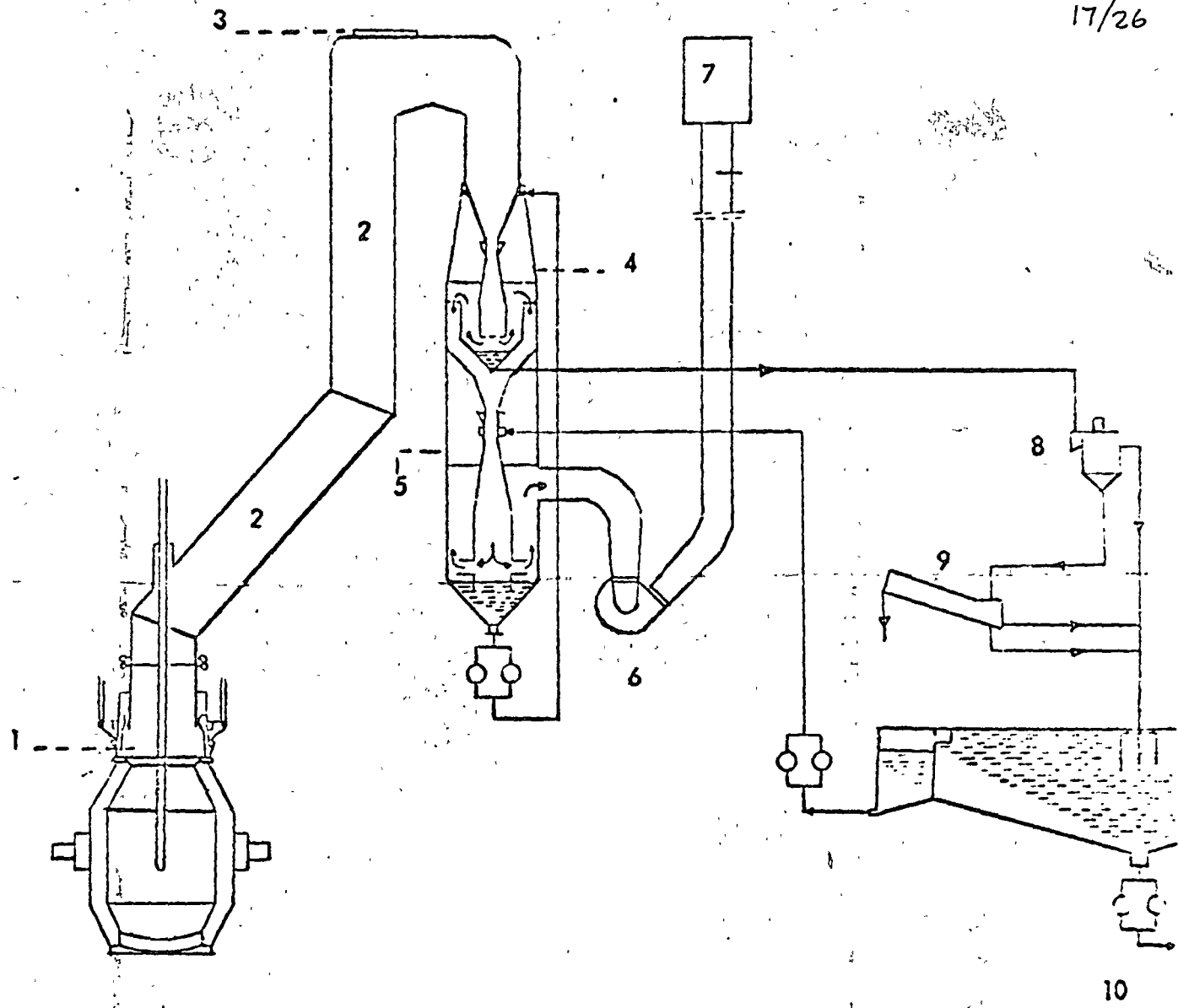


FIG. 5.-SISTEMAS DE ENFRIAMIENTO Y DEPURACION DE GASES EN HORNOS B. O. F.

- 1.) Cortina deslizable (skirt)
- 2.) Chimenea de enfriamiento
- 3.) Chimenea de emergencia
- 4.) Primer grupo de lavado
- 5.) Segundo grupo de lavado
- 6.) Exhaustor
- 7.) Chimenea
- 8.) Separador de Gruesos
- 9.) Clasificador de Rastrillos
- 10.) Clarificador.



muelles. Los aceros al manganeso (entre 0.4 y 1.6 % Mn) también son elásticos pero tienen alta resistencia a la tensión. Los aceros inoxidables que se usan en ambientes corrosivos contienen de 12 a 15 % de cromo y pueden también contener otros metales como molibdeno, níquel y columbio. Los aceros que contienen tungsteno y vanadio así como cromo mantienen su dureza aun a altas temperaturas y se usan como herramientas de corte para alta velocidad.

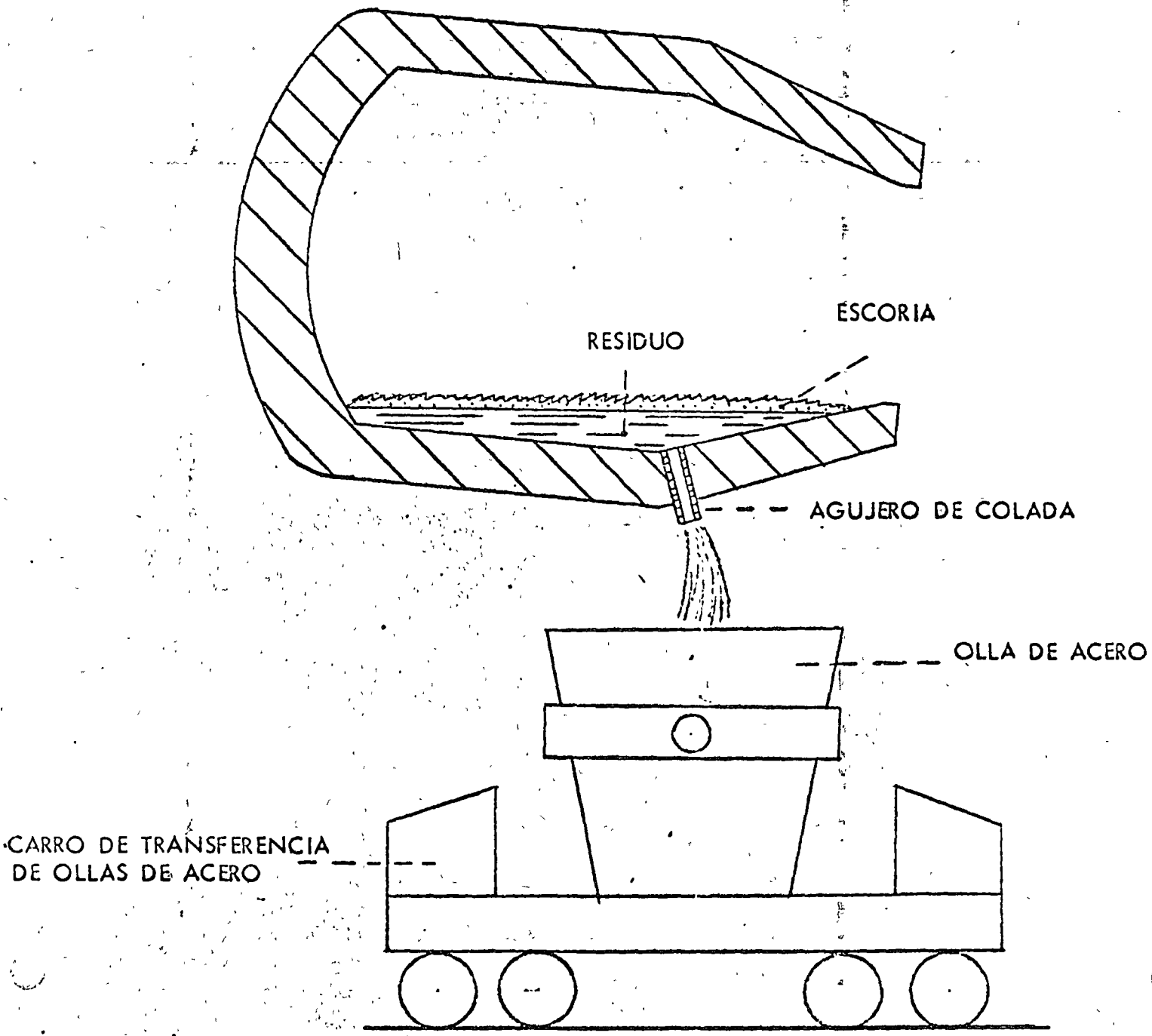
#### 6.- COLADA CONTINUA.-

Una vez que en el convertidor se han tomado muestras y sus análisis demuestran que se puede efectuar el vaciado se colocan los moldes apropiados para el laminado de perfiles o de hojas. En los moldes se agregan los aleantes (Cr, Mo, Ni, etc.) si son necesarios y se inicia el vaciado. La agitación se efectúa mediante una lanceta de nitrógeno hasta lograr una homogeneización completa. Ver fig. 6 y 7

#### 7.- PRODUCTOS.-

Se inicia la laminación del producto de los moldes previo desmoldeo aún en rojo. La calidad de los productos después de laminados va a depender del control que se haya tenido en los convertidores, del templado y del maquinado. Los productos que se pueden obtener son: alambrón, varilla, palanquilla, perfiles, láminas, etc.

FIG. 6.-VACIADO DEL ACERO DEL CONVERTIDOR



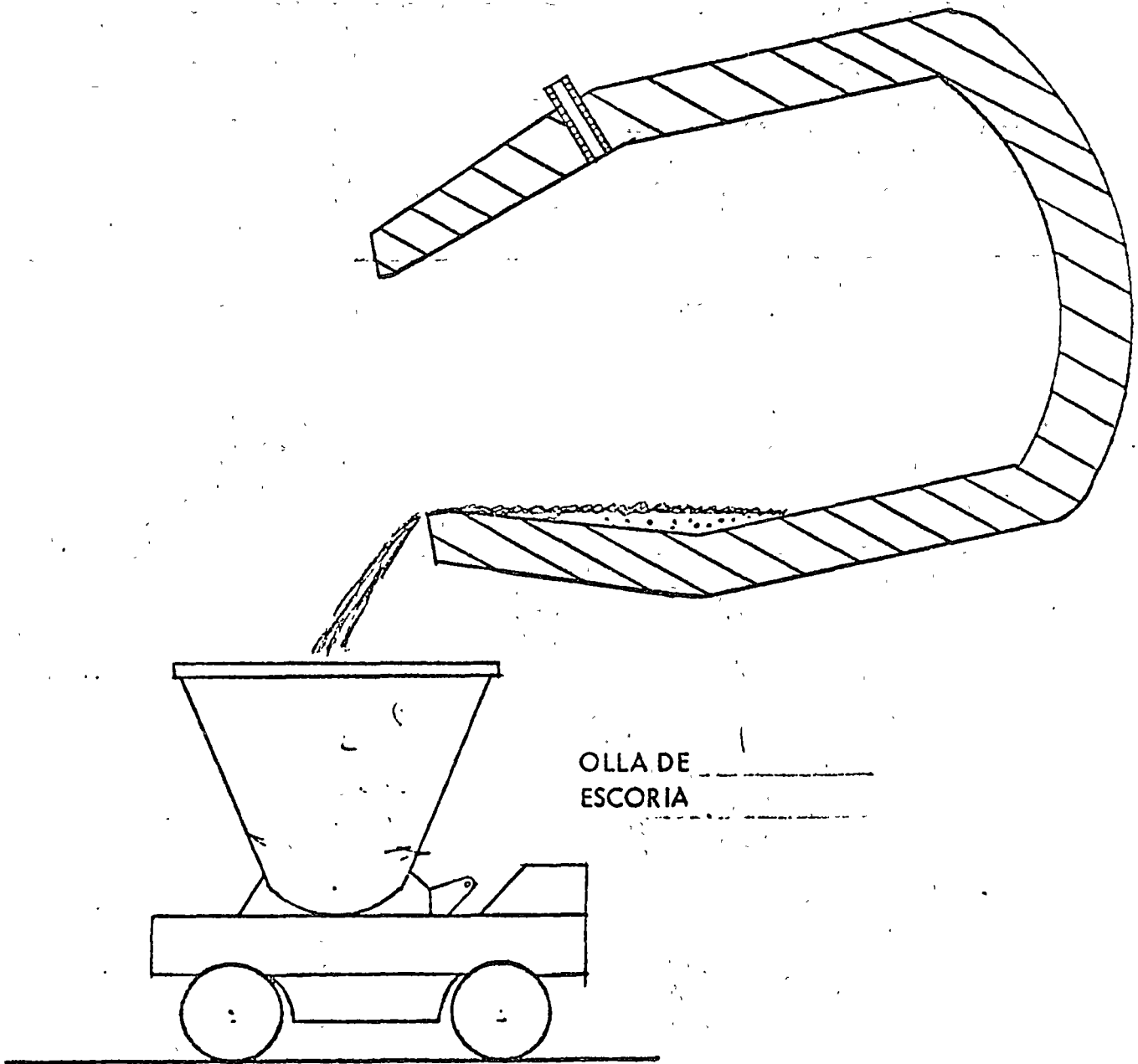


FIG.7.- DESESCORIADO EN EL CONVERTIDOR

#### IV.- AREAS AUXILIARES

En la figura 1.- se muestran los bloques que representan las áreas auxiliares de una planta siderúrgica (en tinta no muy marcadas) y que van a ser los servicios que intervienen en el proceso de la metalurgia del hierro. Aunque mencionadas en segundo -- término merecen una especial consideración ya que si no existiese un control estricto en estos servicios no sería posible obtener aceros de la calidad deseada.

### 1.- PLANTA DE OXIGENO.-

Para la planta de aceración se necesita oxígeno que separadamente con el nitrógeno se obtiene por un proceso de destilación del aire. El nitrógeno se usa en diversas partes de la planta siderúrgica como gas de sello y como un medio inerte. Además, se usa como un medio de agitación en los aceros que contienen metales aleantes.

### 2.- PLANTA DE FUERZA Y VAPOR.-

En esta planta se genera vapor y la energía eléctrica necesarios en la planta siderúrgica. El vapor sirve para accionar las turbinas de los turbogeneradores de energía eléctrica localizadas en la misma planta así como para mover las turbo-bombas o compresoras y mecanismos de desplazamiento de pistón por accionamiento con vapor. La energía eléctrica producida será de dos tipos: alterna y directa. La alterna sirve para equipos de baja potencia e instrumentos y la directa se usa para el limpiado electro-lítico en la sección de acabado.

### 3.- PLANTA DE TRATAMIENTO DE AGUAS.-

Esta planta provee agua a los sistemas de refrigeración de las lanzas de oxígeno, de nitrógeno, y que al estar expuestas a temperaturas elevadas provocaría una depositación de sólidos di-

sueltos en el agua. Es por lo tanto que el agua que se use para este propósito debe de carecer de sólidos precipitables por alta temperatura. También suministra agua a las calderas para la generación de vapor. En ambos casos el control consiste en no permitir que el agua contenga una dureza alta ( entre mayor es la dureza mayor es el contenido de sólidos precipitables que son principalmente óxidos de magnesio, calcio y silicio ). En el tratamiento del agua puede haber varios caminos o sistemas que actúen solos o en forma combinada y estos son: aereación, clarificación por coagulación, tratamiento con cal carbonato, tratamiento con diversos tipos de zeolitas intercambiadoras de iones, por ósmo - sis, etc, El agua para calderas debe llevar aditivos para evitar la corrosión, y además, dentro de su control, agregar otros aditivos para ayudar a la formación de lodos y drenarlos periódicamente aunque, en la actualidad, existen productos químicos que -- tienen la cualidad de mantener estas sales en solución sin que -- tengan la tendencia a la depositación. Estas sustancias son de naturaleza orgánica y forman complejos estables a altas temperaturas con los iones metálicos. En este caso se requiere de un control más estricto del pH porque estas sustancias pueden reaccionar con el fierro provocando corrosión.

#### 4.- PLANTA COQUIZADORA.-

El carbón es un elemento básico en la producción de acero y para ser utilizado debe dársele un tratamiento en las plantas coquizadoras. La planta coquizadora se compone de varios hornos de coquización, especie de cámaras construídas de material refractario con alto contenido de sílice para resistir las temperaturas a las que se desarrolla el proceso. El proceso consiste en someter al carbón a temperaturas de 1200-1300°C en un tiempo que varía de 16 a 18 h para desprender los gases de los cuales se extraen subproductos como alquitrán, benceno, naftaleno y amoníaco. Una vez obtenido el coque como residuo el horno se descarga por medio de una máquina deshornadora sobre un carro tipo góndola que conduce el coque incandescente a una torre situada en el extremo de la batería donde se apaga con agua rociada a presión. Este se descarga sobre un muelle que lo transporta por bandas a la planta de trituración y cribado. Finalmente, se separa por tambores que varían entre 2 y 6 cm y se envía a las tolvas de almacenamiento del alto horno.

#### 5.- PLANTA DE CAL.-

La caliza es otra materia prima importante en el proceso siderúrgico. Esta, para poder usarla como escorificante en los convertidores de la planta de aceración, se transforma en cal de -

grado siderúrgico en una calcinadora. El proceso de calcinación descompondrá, a temperaturas de 1200-1400°C, el carbonato de calcio en sus dos componentes principales: bióxido de carbono gaseoso que se escapa y el óxido de calcio sólido (cal viva) que se utiliza en los procesos de fundición dentro de los convertidores de la mencionada planta de aceración. Reacción:



6.- LABORATORIOS.-

Se puede decir que los laboratorios proporcionan o son la fuente de información de la marcha correcta o incorrecta del proceso. Por esta razón en ellos debe haber tanto equipo analítico de alta calidad así como profesionales bien preparados para cumplir con el cometido de un buen control de calidad.

En una planta siderúrgica debe haber equipo para análisis por vía húmeda, o sea, aquellos en que se efectúan reacciones en matraces o tubos de ensaye con reactivos preparados previamente y observándose un color o un precipitado característicos. También debe haber equipos para ver la granulometría del acero contándose para ello, con sierras para cortar, pulidoras y microscopios (metaloscopios) que permitan dar un diagnóstico verdadero acerca de la naturaleza de los metales en estudio. Otras pruebas físicas importantes son la dureza, la resistencia a la tensión,



resistencia a la corrosión, etc., con lo que debe contarse con el equipo apropiado para estas determinaciones. Los métodos espectrofotométricos para la detección de metales por vía rápida son muy útiles.

#### 7.- MANTENIMIENTO.-

Esta es una área auxiliar muy importante. Los servicios que presta son:

- a) Reparación de lanzas
- b) Cambios de recubrimientos cerámicos en los convertidores
- c) Limpieza y lubricación de los equipos móviles
- d) Mantenimiento de los instrumentos de indicación y control
- e) Diversos

#### 8.- ALMACENES.-

Por medio de computadoras es posible llevar un inventario actualizado al minuto para una acería moderna y de alta capacidad. En los almacenes se contabilizan las materias primas tanto para el proceso y servicios como para los productos terminados.

#### 9.- OFICINAS.-

En realidad, se debería llamar sección administrativa, porque es donde se realizan las operaciones de dirección, supervisión de fabricación y de control de calidad, estudios de los problemas laborales y técnicos para encontrarle solución, la fijación de programas de adiestramiento, cursos y conferencias, contabilidad, etc.

V.- BIBLIOGRAFIA.-

- 1.- Mellor, J.W.- A COMPREHENSIVE TREATISE ON INORGANIC AND THEORETICAL CHEMISTRY, Vol XII, p. 482, Longmans Green and Co., London (1932) (Para historia).
  
- 2.- Ward, R.G.- AN INTRODUCTION TO THE PHYSICAL CHEMISTRY OF IRON AND STEEL MAKING, Edward Arnold, (1962) (Para proceso).
  
- 3.- Bodsworth, C.- PHYSICAL CHEMISTRY OF IRON AND STEEL MANUFACTURE.- Longmans, London (1963) (Para proceso)
  
- 4.- Thomas, R.W.- EDUCATION IN CHEMISTRY, 2 (1965) 167  
(Para historia y proceso en forma condensada)
  
- 5.- ENCYCLOPEDIA BRITANNICA, INC., 1957, Vol 12  
(Para historia y proceso en forma condensada)



centro de educación continua  
facultad de ingeniería, unam



INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO DE PLANTAS,  
SIDERURGICAS.

TEORIA PH, OXI-REDUCCION.

ING. DANIEL CURIEL VILLASEÑOR.

## 1.00 TEORIA ACIDO - BASICA.

Los compuestos químicos estables son eléctricamente neutros. Cuando se mezclan con agua, muchos de ellos se rompen en dos o más partículas eléctricamente cargadas. Por ejemplo el ácido clorhídrico se disocia en partículas de hidrógeno cargadas positivamente y partículas de cloro cargadas negativamente. Esto se expresa comúnmente de la siguiente manera:



Las partículas con carga así formadas en la disociación se les llama iones, que en griego significa "viajantes". El nombre es bastante apropiado ya que estos iones "viajan" de un electrodo a otro cuando se hace pasar corriente a través de una solución. El movimiento de electrones llamada corriente, es posible en una solución debido a que esos iones existen y llevan los electrones de un electrodo a otro.

El grado de disociación de un compuesto varía de un compuesto a otro y varía también al cambiar la temperatura de la solución. A una temperatura específica, existe una relación fija entre la concentración de las partículas cargadas y el compuesto no-disociado neutro. Esta relación se llama "Constante de disociación" o "Constante de Ionización" :

$$K = \frac{[\text{H}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]} \quad (2)$$

donde  $K$  = Constante de Disociación

$[\text{H}^+]$  = Concentración de iones positivos

$[\text{A}^-]$  = Concentración de iones negativos

$[\text{HA}]$  = Concentración del compuesto no-disociado

(2)

Para el ácido clorhídrico, la constante de disociación es prácticamente infinita, lo cual significa que el HCl se disocia completamente en iones hidrógenos cargados positivamente y en iones cloro cargados negativamente. Debido a esta gran disociación se dice que el ácido clorhídrico es un "Acido Fuerte".

Por otro lado, el ácido acético tiene una constante de disociación bastante baja y se disocia en la siguiente forma:



Se observará que en solución de ácido acético la cantidad de iones hidrógeno son pocos en relación de 1 por cada 100 moléculas no-disociadas, por lo que el ácido acético es un "Acido Débil".

Podrá observarse que la fuerza de una solución ácida depende del número de iones hidrógeno disponibles. El número de iones hidrógeno disponibles depende, no solamente del peso del compuesto en agua, sino también de la constante de disociación del compuesto.

El agua se disocia en iones hidrógeno y iones oxidrilo



pero es muy "débil" en el sentido antes expuesto. Esto es, pocas moléculas de

$\text{H}_2\text{O}$  se disocian en  $\text{H}^+$  y  $\text{OH}^-$ . El número de moléculas de agua diso

ciadas, es tan pequeño comparado con las no-disociadas que el valor de  $[H_2O]$  se considera como 1.

Se ha determinado que la constante de disociación del agua:

$$K_{H_2O} = \frac{[H^+][OH^-]}{[H_2O]} = \frac{1}{10^{14}} \quad (5)$$

por lo que el producto de  $[H^+] + [OH^-] = \frac{1}{10^{14}}$

Si la concentración de iones hidrógeno y la concentración de iones oxidrilo es la misma, obviamente estos deberán ser :

$$[H^+] = [OH^-] = \frac{1}{10^7} \quad (6)$$

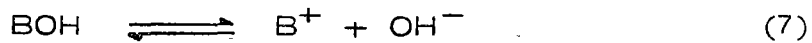
Deberá tomarse en cuenta que no importa que otros compuestos estén disueltos en el agua, que el producto de las concentraciones de iones hidrógeno y la de iones oxidrilo es siempre igual a  $\frac{1}{10^{14}}$

Si un ácido fuerte, como el HCl, se le agrega al agua, se le agregan muchos iones hidrógeno. Lo cual reduce el número de iones oxidrilos. Por ejemplo, si se agrega HCl hasta que la concentración de  $H^+$  sea  $\frac{1}{10^2}$ , la concentración de  $OH^-$  será  $\frac{1}{10^{12}}$

## 2.00 SOLUCIONES BUFFER.

La gran cantidad de moléculas no-disociadas de un ácido débil en solución, como -

el ácido acético, actúan como una reserva de iones hidrógeno. Cuando se le agrega una base a esta solución, los iones hidrógeno libres se combinan con los oxidrilo de la base agregada para formar agua, pero la concentración de iones hidrógeno y por lo tanto el pH no cambian proporcionalmente. Las moléculas del ácido no disociado se disocian hasta que la concentración de iones hidrógeno satisfaga la ecuación (2). Este comportamiento de los ácidos débiles se les llama "Acción Buffer" o "Acción Amortiguadora". Es obvio que la adición de iones hidrógeno a una solución de este tipo da como resultado la reacción opuesta. Algunos de los iones hidrógeno agregados se unirán a los iones  $A^-$  para formar moléculas de ácido adicionales. En el caso del ácido acético, esta reacción no proseguiría muy lejos ya que solo 0.4 por ciento de los iones acetato estarían disponibles. La "Acción Buffer" por la adición de ácido se lleva a cabo agregando a la solución ácida una sal del ácido débil. Es obvio que la máxima acción amortiguadora en ambas direcciones se obtiene cuando hay en la solución la misma cantidad de ácido y su sal. En tales mezclas  $[A^-]$  es igual a  $[HA]$  en la ecuación (2) y  $K = [H^+]$ . La relación simplifica la selección de una solución Buffer para una aplicación específica. Las bases débiles, como los ácidos débiles, se ionizan solo parcialmente.



$$K_b = \frac{[B^+][OH^-]}{[BOH]} \quad (8)$$

Las mezclas de bases débiles y sus sales actúan como amortiguadores en soluciones alcalinas. Las soluciones Buffer se agregan generalmente a las soluciones para estabilizarlas contra cambios en el pH.

### 3.00 QUE ES EL pH.

Es difícil hablar en términos de concentraciones fraccionales como  $\frac{1}{10^2}$ ,  $\frac{1}{10^7}$  etc. Para evitar esta dificultad, se ha llegado a un acuerdo para usar un código especial que represente el grado de acidez efectiva y no la total. Esto puede observarse fácilmente. Una solución al 4% de ácido acético - vinagre común ( pH = 4 ) - es posible paladearla, en cambio una solución al 4% de ácido sulfúrico ( pH = 0 ) es violentamente venenoso. Aunque la acidez total de cada ácido es 4%. No resultan igual de dañinos, por lo que necesitamos de información cuantitativa que nos exprese el grado de actividad de un ácido o una base en términos de la actividad del ion hidrógeno.

En 1909 S. P. L. Sorensen introdujo una escala para expresar convenientemente la concentración de iones hidrógeno. El definió el pH de la solución como el negativo del logaritmo de la concentración de ion hidrógeno:

$$\text{pH} = - \log [\text{H}^+] \quad \text{o} \quad [\text{H}^+] = 10^{-\text{pH}} \quad (9)$$

Puede observarse de esta ecuación, que la escala del pH es invertida, o sea a mayor concentración de ion hidrógeno, menor es el pH. La conveniencia de la escala de pH se hace obvia si recordamos que el rango práctico de las soluciones acuosas es de 0 a 14. El logaritmo es más fácil de manejar que el valor



número de la concentración de iones hidrógeno, que varía de 1.0 a  $1.0 \times 10^{-14}$  M.

Ha habido discrepancias en cuanto a la definición de Sorensen. Estas fueron revisadas por Bates y hoy se considera que es la actividad y no la concentración del ion hidrógeno lo que determina la fuerza electromotriz del conjunto usado para medir pH. Por lo que ahora es costumbre definir formalmente el pH de una solución estándar (pH<sub>s</sub>) como

$$\text{pH}_s = - \log a_H \quad (10)$$

Donde  $a_H$  es la actividad convencional del ion hidrógeno.

Por definición  $a_H \equiv f_H m_H$  (10a)

Donde  $f_H$  es el coeficiente de actividad

$m_H$  es la molaridad del ion hidrógeno

Como el coeficiente de actividad de un simple ion no puede determinarse, el Bureau Nacional de Normas (USA) ha preparado una serie de sales de referencia o mezclas. A estas se les ha asignado valores fijos de pH<sub>s</sub>. Es por lo tanto que la escala de pH estándar está definida en términos de varios puntos fijos. La asignación de los valores de pH a las soluciones estándar se basa en el promedio de varias estimaciones del coeficiente de actividad individual. La aproximación es del orden de 0.01 unidades de pH. Los estándares de la NBS hacen posible una reproducibilidad verdadera de las mediciones de pH en cualquier tiempo y lugar. En esta forma

la serie de estandares cubre los requerimientos de una escala estándar y cumple con las demandas de regulación de la industria y el comercio.

#### 4.00 00 DETERMINACION DEL pH.

##### .01. INDICADORES QUIMICOS

Desde hace siglos se sabía que el color de ciertos compuestos en solución dependía de la concentración de iones hidrógeno. Estos com - puestos son en general ácidos y bases débiles y sus sales. Cuando la sal de un ácido débil es diferente en color de su ácido no - ionizado , el color resultante de la solución dependerá de la relación de las concentraciones de las dos formas. El rango de pH en el que el color - cambia, por ejemplo, con un indicador ácido depende de la constante de disociación del ácido. Cuando la relación ácido a sal es 1, la -  $K = [H^+]$  ; este es el punto medio del rango de pH del cambio de color.

Se han encontrado indicadores que cubren casi todos los valores de - pH y por muchos años fueron los únicos medios para determinar el pH . Las determinaciones de pH se hacen con indicadores, agregan - do una pequeña cantidad de la solución del indicador a la muestra y - comparando después el color resultante contra un color patrón. Cuan - do existen colores patrón con separación de 0.2 unidades de pH y las observaciones se hacen con un "comparador" por un observador - experimentado, se obtienen exactitudes del 0.1 unidades de pH .

Para mediciones poco precisas el método colorimétrico es conveniente y barato. Las soluciones turbias o coloreadas no pueden observarse con claridad. Los indicadores no son estables en muchas soluciones oxidantes o reductoras.

## .02. METODO POTENCIOMETRICO.

La medición del pH por medios potenciométricos consiste de:

- a) Un electrodo de medición de pH como el de vidrio, antimonio, quinhidrona o hidrógeno.
- b) Un electrodo de referencia, usualmente el de calomel o el de plata-cloruro de plata.
- c) Un aparato de medición de potencial.

### .01 ELECTRODO DE HIDROGENO.

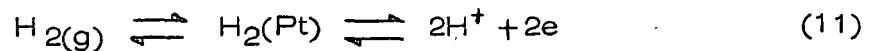
El uso esencial del electrodo de hidrógeno es para chequear otro tipo de electrodos por medio de mediciones intermitentes. El electrodo de hidrógeno es el estandar en la medición del pH.

El electrodo de hidrógeno consiste de una pequeña placa de platino o alambre recubierto con platino negro finamente dividido por medio de la electrolisis de una solución de ácido cloroplatínico, con el fin de aumentar el area de contacto del electrodo. Cuando se coloca parcialmente en la solución experimental y la otra parte en contacto con una atmosfera de gas hidrógeno, el electrodo de hidrógeno se comportará como

(9)

compuesto de moléculas de hidrógeno y proporciona un potencial reversible dependiendo de la actividad de los iones hidrógeno en solución.

Para el equilibrio



La relación entre el pH y la EMF observada de un electrodo de hidrógeno es:

$$\text{pH} = \frac{E_{\text{obs}} - E_{\text{ref}}}{0.000198T} - \frac{RT}{2F} \log p_{\text{H}_2} \quad (12)$$

Donde  $E_{\text{obs}}$  — Potencial observado  
 $E_{\text{ref}}$  — Potencial del electrodo de referencia más cualquier potencial de la unión líquida.  
 $p_{\text{H}_2}$  — Presión parcial del gas hidrógeno.

El hidrógeno deberá estar en contacto continuo con la superficie del electrodo de platino para asegurar que la solución en la interface entre el electrodo y la solución sea representativa de la solución total.

El electrodo de hidrógeno tiene muchas limitaciones para mediciones prácticas de pH. Los sulfuros, cianuros y los compuestos de arsénico envenenan el electrodo. Las proteínas y la materia coloidal son adsorbidas por el platino negro haciendo lento de respuesta al electrodo.

Debe estar ausente cualquier sustancia orgánica que sea susceptible de hidrogenarse o de ser reducida por hidrógeno en presencia de platino.

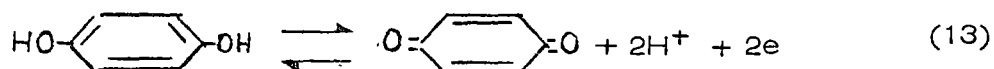
Los agentes fuertemente oxidantes y reductores imponen su potencial al electrodo, y los metales más nobles que el hidrógeno son reducidos por este.

El potencial del electrodo de hidrógeno es bastante sensitivo a trazas de oxígeno. Las limitaciones anteriores aunadas con las grandes cantidades de gas hidrógeno requeridas y el tiempo necesario para que el electrodo de hidrógeno llegue al equilibrio (5 a 10 minutos) han relegado a este electrodo al papel de estándar para la determinación de valores de pH en soluciones acuosas.

## .02 ELECTRODO DE QUINHIDRONA.

El electrodo de quinhidrona es fácil de construir. Consiste de un electrodo inerte, normalmente de oro y platino, sumergido en la solución a analizar, a la cual se le agrega quinhidrona sólida y pura, hasta que la solución esté saturada y haya algo de quinhidrona en exceso.

La quinhidrona es un compuesto equimolecular de quinona,  $\text{OC}_6\text{H}_4\text{O}$  e hidroquinona  $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{OH}$ . Estas dos sustancias forman un sistema reversible de oxidación-reducción que involucra al ion hidrógeno.



El potencial del electrodo inerte a 25° C está dado por:

$$E_{\text{obs}} = E_0 - \frac{0.0591}{2} \log \frac{[\text{quinona}]}{[\text{hidroquinona}]} \frac{[\text{H}^+]^2}{1} \quad (14)$$

(11)

Substituyendo el valor de  $E_0$  por el del electrodo de calomel, usado siempre que la relación quinona a hidroquinona sea igual a 1, la expresión anterior se reduce a:

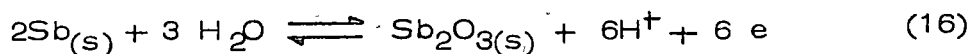
$$\text{pH} = \frac{-0.453 - E_{\text{obs}}}{0.0591} \quad (15)$$

Cualquier influencia que tienda a afectar la relación quinona a hidroquinona causará error en la respuesta del ion hidrógeno al electrodo de quinhidrona. Los agentes oxidantes más fuertes que la quinona y los reductores más fuertes que la hidroquinona no se pueden tolerar.

El electrodo de quinhidrona no puede utilizarse para pH mayores de 8. Debido a que la solución a analizar se contamina, la quinhidrona no puede usarse ampliamente para la determinación del pH.

### .03 ELECTRODO DE ANTIMONIO.

Cuando una varilla de antimonio se funde en aire, se forma una capa delgada de óxido de antimonio. El potencial del sistema antimonio-óxido de antimonio depende de la concentración del ion hidrógeno de acuerdo al equilibrio:



Como el antimonio y el óxido de antimonio son considerados en su estado sólido el potencial del electrodo depende de la concentración

del ion hidrógeno. El pH a 25° C está dado por:

$$\text{pH} = \frac{-0.009 - E_{\text{obs}}}{0.0591} \quad (17)$$

cuando el electrodo de referencia es el de calomel.

En la práctica, el potencial no varía linealmente con el pH de la solución. El potencial se ve afectado por el oxígeno disuelto, la composición de la solución Buffer y el movimiento del electrolito.

La medición con este electrodo está limitado a valores de  $3 < \text{pH} < 12$  debido a la solubilidad del óxido antimonioso.

El electrodo de antimonio debe calibrarse antes de su uso con soluciones de referencia estandar y bajo las condiciones de operación.

Su potencial se ve afectado por la presencia de sustancias oxidantes y reductoras. El electrodo se envenena con bismuto, arsénico, cobre, plata, mercurio y plomo. El electrodo de antimonio no es tan frágil como el de vidrio y se prefiere por esta razón para ciertas aplicaciones industriales.

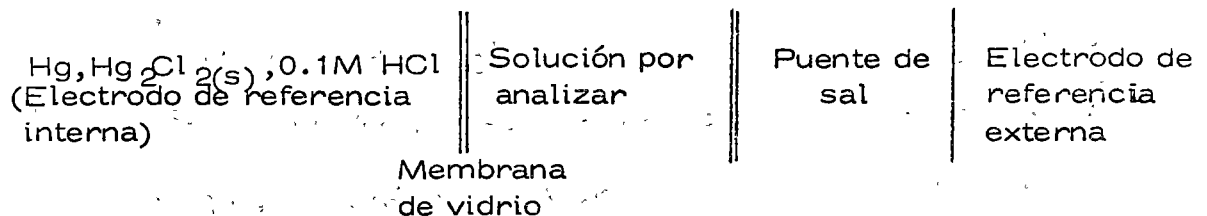
#### .04 ELECTRODO DE VIDRIO.

Ciertos vidrios poseen la propiedad de que usados en una membrana muy delgada que separe dos soluciones presentan una diferencia de potencial entre sus superficies, proporcional a la diferencia en pH de las soluciones.

La cubierta del electrodo consiste de un pequeño bulbo o punta de vidrio especial pegado a una barra de vidrio Pyrex. En esta forma la respuesta del ion hidrógeno está confinada enteramente al área de la membrana especial de vidrio, eliminando cualquier variación causada por la profundidad de inmersión, siempre y cuando la punta del electrodo este completamente en contacto con la solución. Dentro del bulbo hay una solución diluída de ácido clorhídrico y dentro de ella hay un electrodo de referencia interno, el cual generalmente es de plata-cloruro de plata o de calomel. La solución diluída del ácido proporciona una concentración de ion hidrógeno invariable y una concentración constante de ion cloruro.

La celda interna está sellada firmemente a la atmósfera por medio de un dieléctrico y una tapa de plástico o metal. Los cables de conexión están aislados y el aislamiento va a tierra en el circuito de medición.

La representación del ensamble del electrodo de vidrio es:



El electrodo de vidrio se sumerge en la solución por analizar junto -



con el electrodo de referencia externa. Debido a la gran resistencia del vidrio, 10 a 100 megohms, la EMF generada debe medirse por circuitos electrónicos de amplificación. El potencial del electrodo de vidrio con relación al electrodo de referencia nos da el pH por medio de la expresión:

$$\text{pH} = \frac{E_g - E_{\text{ref}}}{0.0591} \quad (18)$$

El valor de  $E_g$  depende de la naturaleza del vidrio usado en la membrana y del electrodo de referencia interna.

El electrodo de vidrio es usado para mediciones de pH de 0 a 13. En soluciones más alcalinas los valores de pH son tan pequeños que es necesario corregirlos con nomogramas.

Debido al contenido de sodio en la composición del vidrio usado en este electrodo, es necesario hacer correcciones especiales para mediciones en soluciones muy alcalinas o usar un tipo de electrodos de vidrio que contenga litio; con lo que se evitará el llamado "error de sodio".

Al electrodo de vidrio no le afectan los agentes oxidantes o reductores. Solo es atacado por soluciones de ácido fluorhídrico.

En caso de existir proteínas o sustancias coloidales, el electrodo tiende a dar lecturas erróneas ya que estas obstruyen y tapan la membrana de vidrio.

.05 ELECTRODO DE REFERENCIA.

Para completar el circuito a través del cual se pueda medir el potencial del electrodo de medición, es necesario hacer contacto con la solución por analizar en modo tal que no exista variación de voltaje en el punto de contacto.

Si se usara un electrodo de platino o de carbón estos actuarían como un electrodo de medición redox y serían sensibles a los oxidantes y reductores de la solución.

El electrodo de referencia ha sido la respuesta y éste está constituido por un alambre en contacto con plata pura. La Plata está en contacto directo con el cloruro de plata que a su vez está en contacto con una solución de cloruro de potasio. Esta solución, " el puente de sal" está en contacto con la solución del proceso.

Debido a que la concentraciones de todos los componentes desde el alambre de conexión hasta la solución de KCL son fijas el potencial desde el alambre hasta el KCL también es fijo.

El potencial entre el KCL y la solución de proceso es muy pequeño y varía insignificativamente con el ORP del proceso.

El potencial total del electrodo de referencia es esencialmente constante, lo cual cumple con los requisitos para el mismo.

Deberá tenerse cuidado de que la solución del proceso no entre

a la cámara de KCL. Si esto pasara se establecería un nuevo potencial entre la solución del proceso y el cloruro de plata, con lo que se destruiría el potencial constante necesario.

Así también si se tapa el agujero del fondo a tal grado que el KCL no pueda escapar resultaría un circuito abierto en el sistema de medición.

Actualmente existen electrodos de referencia que no requieren de una reposición continua de cloruro de potasio.

#### .06 COMPENSACION DE TEMPERATURA.

El potencial desarrollado en un sistema potenciométrico para medición de pH que utiliza un electrodo de vidrio y un electrodo de referencia está dado por la siguiente ecuación que sigue, la ecuación de Nernst:

$$E = - \frac{RT}{F} \log_e a_H = \frac{-0.0591(T)pH}{298} \quad \text{a } 25 \text{ C} \quad (19)$$

Donde R - constante universal de los gases

T - temperatura absoluta

F - constante de Faraday igual al 96,500 coulombs

Como podrá observarse el potencial varía al cambiar la temperatura del electrodo. La compensación de temperatura manual es adecuada si la temperatura en el proceso se mantiene constante o el valor del pH es alrededor de 7. Si la variación de la temperatura de proceso es grande se recomienda usar compensación de temperatura automática.

## OXIDO - REDUCCION.

## .01 OXIDACION

Para el hombre de la calle oxidación significa que el material ha sido quemado con oxígeno hasta convertirse en cenizas, hollín, etc. Por ejemplo, el magnesio se oxida liberando calor y luz cuando se le aplica un cerillo encendido en presencia de aire. Conforme avanzó la Química, se descubrió que los mismos materiales que se combinaban o quemaban en presencia de oxígeno lo hacían en atmósferas de cloro, fluor, azufre, etc. Más aún, se supo que el material quemado magnesio por ejemplo, sufría el mismo cambio atómico, no importando si era quemado en atmósfera de oxígeno, cloro o cualquier otro material gaseoso. Este cambio en el caso del magnesio, era la pérdida de los electrones externos de cada átomo de magnesio. Este mismo efecto se observó cuando otros elementos se combinaban con fluor, oxígeno, azufre, etc., y el término oxidación se utilizó para indicar que algún elemento había perdido electrones en una reacción química aunque la reacción liberara poco calor, o lo consumiera, o aunque la substancia con la que combinara no fuera oxígeno, de hecho no es necesario que sea un gas. Con este nuevo enfoque, el carbón se oxida cuando se combina con azufre para formar el bióxido de azufre; el cobre se oxida con ácido sulfúrico para formar sulfato de cobre y el hidrógeno se oxida cuando se quema en el aire para for -

mar vapor de agua.

## .02 REDUCCION.

Por definición, reducción es lo opuesto a oxidación, o sea, es la ganancia de electrones externos. Así que si un material que se oxida al combinarse o reaccionar con un segundo el cual se reduce. O sea que no puede haber oxidación sin la reducción correspondiente.

## .03 REACCIONES REDOX

Considérense dos soluciones (1) cloruro ferroso y (2) cloruro férrico en dos recipientes. ( incidentalmente los átomos de fierro como muchos otros, pueden existir en sus dos estados de oxidación:

$Fe^{++}$  y  $Fe^{+++}$ . Otro elemento que puede existir en dos o más estados de oxidación es el cromo:  $Cr^{++}$  y  $Cr^{+++}$ . Se mete un electrodo de platino en cada recipiente y se conectan ambas soluciones usando un tubo de vidrio (llamado puente) el cual contiene una solución con el ion común, como cloruro de potasio, KCL.

Existe un voltaje E medible y definido entre las dos soluciones, el cual es proporcional a la relación de actividades del ion férrico y del ion ferroso. La actividad de un ion está dado por la relación:

$$a_y = f_y m_y \quad (1)$$

Donde:

$a_y$  — actividad del ion y

$f_y$  — coeficiente de actividad de y

$m_y$  — concentración del ion y

En soluciones muy diluidas se considera  $f_y = 1$

La EMF observada es el valor de E que aparece en la siguiente ecuación básica de electroquímica - ecuación del potencial de media celda:

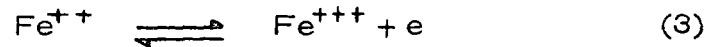
$$E = E_0 - \frac{RT}{nF} \log_e \frac{[Fe^{+++}]}{[Fe^{++}]} \quad (2)$$

- Donde
- $E_0$  — voltaje definido y peculiar de cada reacción
  - R — constante universal de los gases
  - T — temperatura absoluta
  - n — número de cargas negativas o positivas ganadas o perdidas en el intercambio iónico.
  - F — constante de Faraday igual a 96,500 coulombs

Loge = Logaritmo Neperiano (referido a la base 2.7183) o logaritmo natural.

Si consideramos ahora una mezcla de soluciones de cloruro ferroso y cloruro férrico en el mismo recipiente, en donde uno de los electrodos de platino ha sido reemplazado por un electrodo de calomel. El electrodo de calomel tiene un voltaje constante y reproducible, en arreglos como el descrito. Tiene como propósito servir como voltaje estándar contra voltajes desconocidos y compararlos. La palabra "calomel" es el nombre comercial del cloruro mercurioso, constituyente principal del electrodo de dicho nombre.

De nuevo, existe un voltaje definido y medible, causado por la tendencia del ión ferroso de perder un electrón y ser oxidado a la forma férrica y simultáneamente los iones férricos de reducirse a la forma ferrosa:



La EMF observada en este caso esta dada por la ecuación:

$$E_t = E_{\text{cal}} - E \quad (4)$$

$$E_t = E_{\text{cal}} - \left[ E_0 - \frac{RT}{nF} \log e \frac{[\text{Fe}^{+++}]}{[\text{Fe}^{++}]} \right] \quad (5)$$

Donde:  $E_{\text{cal}}$  — potencial de la media celda del electrodo saturado de calomel, el que es igual a  $-0.2415$  volts a  $25^\circ \text{C}$ , con referencia al electrodo de hidrógeno.

La ecuación anterior se simplifica y queda:

$$\log \frac{[\text{Fe}^{+++}]}{[\text{Fe}^{++}]} = \frac{E_t - K}{K_2} \quad (6)$$

Donde:  $K$  y  $K_2$  constantes

La ecuación anterior se puede graficar y la curva resultante toma la forma que se muestra en la fig. 1

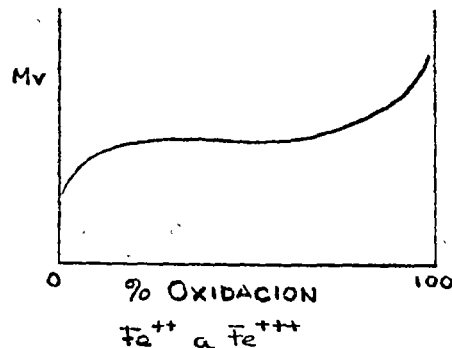
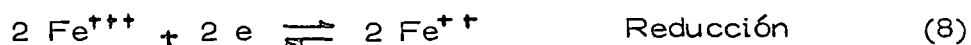
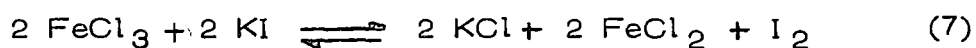


Fig. 1

El % de oxidación del ion ferroso al ferrico se calcula con la relación:

$$\% \text{ Oxidación} = \frac{100 \cdot [\text{Fe}^{+++}]}{[\text{Fe}^{++}] + [\text{Fe}^{+++}]}$$

Considerese ahora una reacción verdadera de óxido - reducción, - empleada para la determinación del ion fierro en una solución. Esta reacción consiste en la reducción del ion férrico a la forma ferrosa y la oxidación del ion yoduro a yodo puro:



Conviene en este momento dejar bien aclarado un importante principio: " Cuando hay un exceso de  $\text{FeCl}_3$  u oxidante ( un oxidante es un material que oxida a otro material mientras que el mismo contiene un ion que se reduce), el voltaje  $E_t$  del par de electrodos platino - calomel depende totalmente de las actividades de las formas reducidas y oxidadas del oxidante. O sea, que en este caso:

$$E_t = E_{\text{cal}} - \left[ E_o - \frac{RT}{nF} \log_e \frac{[\text{Fe}^{+++}]}{[\text{Fe}^{++}]} \right] \quad (10)$$



Cuando es el yoduro de potasio, el reductor, ya que reduce a otro material y el mismo contiene el ion yoduro que se oxida, está en exceso el voltaje  $E_t$  dependerá de la relación de las formas reducidas y oxidadas del reductor:

$$E_t = E_{cal} - \left[ E'_0 - \frac{RT}{nF} \log_e \frac{[I_2]}{[I^-]^2} \right] \quad (11)$$

Todos los elementos tienen, por definición, actividad igual a uno, Por lo que (11) queda:

$$E_t = E_{cal} - \left[ E'_0 - \frac{RT}{nF} \log_e \frac{1}{[I^-]^2} \right] \quad (12)$$

La curva representativa del sistema anterior completo, se muestra en la fig. 2. En realidad se trata de dos curvas que se juntan.

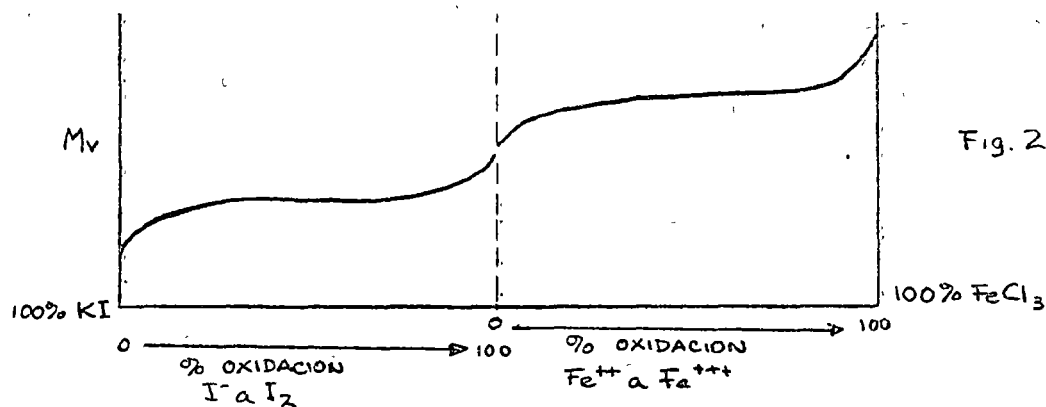
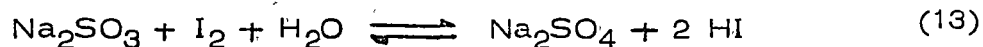


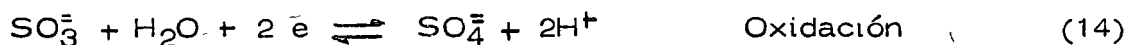
Fig. 2

#### 04 EFECTO DEL pH

Otra típica reacción REDOX industrial es la reducción del yodo con sulfito de sodio.



Que escrita iónicamente queda:



Nuevamente, con un exceso de sulfito de sodio, el reductor, el voltaje de salida de los electrodos entre platino y calomel dependerá solamente de la ecuación:

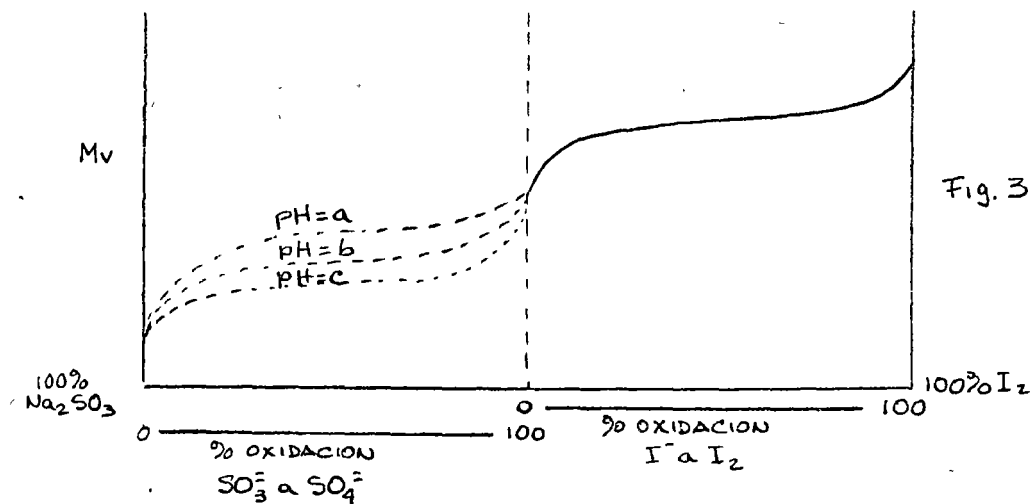
$$E_t = E_{\text{cal}} - \left[ E_o - \frac{RT}{nF} \log_e \frac{[\text{SO}_4^-] [\text{H}^+]^2}{[\text{SO}_3^-]} \right] \quad (16)$$

Notese que el término  $[\text{H}^+]$  aparece en esta ecuación, que es la concentración del ión hidrógeno. Así pues el valor  $E_t$  depende del valor del pH cuando en la solución exista sulfito de sodio en exceso.

Por otro lado si existe un exceso de yodo, el oxidante, la relación que nos dá la EMF  $E_t$  será:

$$E_t = E_{\text{cal}} - \left[ E_o - \frac{RT}{nF} \log_e \frac{1}{[\text{I}^-]^2} \right] \quad (17)$$

O sea, que la acidez o pH de la solución no afecta al potencial REDOX  $E_t$ . La curva de este sistema aparece en la fig. 3



## .05 EFECTO DE LA TEMPERATURA.

La ecuación (2), básica del potencial de media celda, contiene el término  $T$  de la temperatura absoluta. Obviamente que los cambios de temperatura afectan el valor del  $E$  o de  $E_t$  cuando se usa el electrodo de calomel, como en la ecuación (5). En la gran mayoría de las aplicaciones REDOX, se considera que la temperatura permanece constante y que las variaciones normales de temperatura no afectan seriamente el potencial medido. Normalmente se hacen pequeñas correcciones al potencial medio para grandes cambios en la temperatura. Estas correcciones se determinan por medio de tanteos, usando soluciones de composición conocida y cambiando la temperatura de éstas. Generalmente los efectos de temperatura se descartan en vista de las fuentes de error enumerados.

## .06 APLICACIONES DE CONTROL REDOX

La aplicación de las mediciones REDOX en situaciones prácticas requiere:

- a) Conocimiento de contaminantes que estando presentes afectan el voltaje observado ya que pueden ser capaces de oxidar o reducir.
- b) El valor aproximado del coeficiente de actividad de cada ion constituyente de la ecuación de voltaje final.
- c) La velocidad de reacción aproximada de la reacción que se desea controlar.

- d) Saber cuando el valor del pH debe controlarse y cuando no.

Las reacciones reversibles son las más apropiadas para reacciones REDOX. Cualquier reacción en la que resulte la producción de gas no es adecuada para este tipo de prácticas. Sin embargo, es posible registrar el potencial de tales reacciones, aunque el problema de control resulta difícil, sino imposible.

.07 ELECTRODO DE REFERENCIA EN PRESENCIA DE IONES CLORURO

En la producción del blanqueador de hipoclorito, se ha utilizado con éxito como electrodo de referencia el electrodo de plata, en lugar del de calomel, en presencia de iones cloruro. Los iones cloruro y la plata se combinan para formar un depósito de  $\text{AgCl}$ , similar al  
En esta aplicación se ha eliminado el electrodo de calomel.

.08 CONCLUSION

La aplicación de la medición REDOX y/o su control depende del conocimiento de lo que va a suceder en una determinada reacción. La medición REDOX puede aplicarse a una reacción solo tomando en cuenta las siguientes consideraciones:

- a) Que existan en la solución dos sustancias reaccionantes; una que va ser oxidada y la otra reducida.
- b) Que la velocidad de reacción, después de agregar la otra sustancia reaccionante, sea suficientemente rápida para una buena medición y/o control.

- c) Que los contaminantes se mantengan al mínimo, especialmente aquellos capaces de producir reacciones secundarias de oxidación o reducción.
- d) Que se controle el pH de la solución en aquellos casos en lo que el pH afecte la medición REDOX.

ELECTRODOS PARA pH

	<u>Honeywell</u>	<u>Beckman</u>	<u>L &amp; N</u>	<u>Foxboro.</u>
Electrodo				
Medición	30682709-001	19501/19505	117389/90/91	
Tipo	Vidrio	Vidrio	Vidrio	Vidrio
Rango	0-14 pH	0-11/0-14	0-11/0-14/0-14	0-14 pH
Presión	0-150 psig	0-150 psig	0-150 psig	0-150 psig
Temperatura	-5 a 100 <sup>o</sup> C	-5 a 100 <sup>o</sup> C	-5 a 40 <sup>o</sup> C/10 a 80 <sup>o</sup> C/40 a 110 <sup>o</sup> C	-5 a 110 <sup>o</sup> C
Elect. Int.	Ag- AgCl	Ag- AgCl	Ag- AgCl	Ag- AgCl
Electrodo				
Referencia	30682700-001	19033	117392	
Tipo	Sin flujo	Sin flujo	Sin flujo	Sin flujo
Rango	0-14 pH	0-14 pH	0-14 pH	0-14 pH
Presión	0-150 psig	0-150 psig	0-150 psig	0-150 psig
Temperatura	-5 a 100 <sup>o</sup> C	110 <sup>o</sup> C	-5 a 110 <sup>o</sup> C	-5 a 110 <sup>o</sup> C
Elect. Int.	Ag- AgCl	Ag- AgCl	Ag- AgCl	Ag- AgCl
Electrolito	gel KCl		Crist. KCl	
Junta	Teflón		Cerámica intercambiable	Cerámica

## ELECTRODOS PARA pH

	<u>Honeywell</u>	<u>Beckman</u>	<u>L &amp; N</u>	<u>Foxboro</u>
Electrodo				
Referencia	30682710-001	19604/605/606		
Tipo	Con flujo	Con flujo		Con flujo
Rango	0-14 pH	0-14 pH		0-14 pH
Presión	0-150 psig	0-150/0-150/0-15		0-25 psig/150 psig KIT Compr.
Temperatura	-5 a 100°C	-5 a 100°C		-5 a 110°C
Elect. Int.	Ag- AgCl	Ag- AgCl		Ag- AgCl
Electrolito	4MKCl/AgCl	4MKCl/AgCl		4MKCl/AgCl
P Recomend.	3 psi.			3 psi.
Gasto/ P Recomend.	2.5 ml/día			2.5 ml/día

ELECTRODOS PARA ORP Y TERMOCOMPENSADORES (pH)

	<u>Honeywell</u>	<u>Beckman</u>	<u>L &amp; N</u>	<u>Foxboro</u>
<b>ORP</b>				
Número parte	30682712-001	19520/19522	117418/117419/117420	
Tipo	Platino (Au)	Pt /Au	Pt /Au/Ag	Pt /Au/Ag
Presión	0-150 psig	0-150 psig	0-150 psig	0-100 psig
Temperatura	-5 a 100°C	-5 a 100°C	-5 a 110°C	-5 a 100°C
<b>Termocomp.</b>				
Número parte	30682706-001	19580	152137/1199-47	
Presión	0-150 psig	0-150 psig	0-150 psig	0-150 psig
Temperatura	-5 a 100°C	-5 a 100°C	-5 a 110°C	-5 a 100°C



AMPLIFICADORES / TRANSMISORES

	<u>Honeywell</u>	<u>Beckman</u>	<u>L &amp; N</u>	<u>Foxboro</u>
<b>.PH</b>				
Modelo	542027/2029	194200/201/202	7073-11/-21/62 a 66	699
Integ. Preampl.	Si / No	No / Si/ No	No	Si
ATC	Si	Manual y Automática	Man y aut/Man y Aut/Aut	Man. y Auto.
Caja	Nema 4	Nema 4	Nema 4	Nema 3
Clasific.	C.1,G.D.D.2	C1,GD,D1y2/DIV.2/DIV1y2	C1,GD,D2/FMA/C1,GD,D2	C1,GD,D2
Purga Z	Si	Si	No	Si
Alarma	Alta y baja	Alta y baja	Alta y baja	No
Control	On-Off	No	No	No
Salidas	0-5V DC 4-20ma DC	ST 0-100mv,0-1V,0-5V OP 4-20ma y 10-50ma DC	0-1V 4-20 y 10-50 ma	4-20 y 10-50 ma
No. canales	1	1	1 2,3,4,5y6	1
<b>ORP</b>				
Modelo	542030/2031	Mismos pH 630560	7073-13/-23	691R
Preampl.	Si/No	No/ Si / No	No	Si
ATC	No	No	No	No
Caja	Nema 4	Nema 4	Nema 4	Nema 3
Clasif.	C1, GD, D2	C1,GD,D1y2/DIV.2/DIV.1y2	C1, GD,D2/FMA	C1, GD, D2
Purga Y	Si	Si	No	Si
Alarma	Alta y baja	Alta y baja	Alta y/o baja	No
Control	On-Off	No	No	No
Salidas	0-5V DC 4-20ma DC	ST 0-100mv,0-1,0-5V OP 4-20ma y 10-50ma DC	0-1V 4-20 y 10-50 ma	4-20 y 10-50 ma

# ESPECIALES

	<u>L&amp;N</u>	<u>Foxboro</u>
PH/ORP		
Modelo	7779-3/-4	
Intg. Preampl.	Si/No	
ATC	Si	
Caja	Nema 4	
Clasif.	C1, GD, D2	
Otros	Autolimpiante	
Temperatura	-5 a 110°C	
Presión	100 psig	60°C
	50 psig	80°C

Limpiador ultrasónico	
Caja	Nema 4
Clasificación	C1, GD, D2
Presión transductor	0-150 psig
Temp. transductor	-5 a 110°C

Foxboro cuenta con Selector Automático y Manual  
 Beckman cuenta con Selector Manual  
 Beckman cuenta con Limpiador Ultrasónico  
 L&N cuenta con Limpiador Ultrasónico



centro de educación continua  
facultad de ingeniería, unam



INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO DE  
PLANTAS SIDERURGICAS

PLANTA PRODUCTORA DE OXIGENO

ING. MANUEL SANCHEZ RUBIO

## CONTENIDO

El presente trabajo es el resultado de un  
trabajo de investigación realizado en el  
Laboratorio de Instrumentación y Control

- I.- INTRODUCCION
- II.- LICUACION DE AIRE
- III.- PURIFICACION
- IV.- RECTIFICACION
- V.- DESCRIPCION DE UNA PLANTA DE OXIGENO
- VI.- INSTRUMENTACION
  - 1.- TEMPERATURA
  - 2.- PRESION
  - 3.- FLUJO
  - 4.- NIVEL
  - 5.- DIVERSOS
- VII.- BIBLIOGRAFIA

### I.- INTRODUCCION

La industria del acero a través de sus modernos hornos BOF (basic oxygen furnace) y los hornos abiertos (HA) consumen actualmente alrededor de un 65 % del oxígeno total producido por diversas técnicas. La planta de acero que contenga dos hornos BOF operando alternativamente con capacidad de 100 Ton requiere de una planta de oxígeno de 400 Ton/día. El costo de producción del oxígeno metalúrgico (pureza de 99.5%) es de alrededor de M.N. \$ 120 - 150/ Ton. El uso del oxígeno, en vez de aire, reduce el tiempo de refinación de un tiempo de 10-12 h a menos de 1 hora produciéndose, además, un acero de calidad superior. En los hornos HA, que se han modificado para poder introducir oxígeno, se alimenta primero oxígeno de baja pureza (95%) para enriquecer al aire de combustión y, ya para refinar, se alimenta oxígeno metalúrgico poco antes de vaciar.

En los hornos de arco eléctrico se logran, también, -- buenos resultados por usar oxígeno metalúrgico para obtener aceros de buena calidad.

El aire enriquecido con oxígeno para la alimentación -- del alto horno produce rápidamente temperaturas altas necesarias para fundir al fierro-manganeso ahorrando tiempo y combustible.

En el proceso de cortado al soplete en donde se usa -- combustible y oxígeno, los mejores cortes se logran con oxí

genó grado metalúrgico bajando la eficiencia al bajar la pu  
reza del oxígeno siendo con un oxígeno de igual o menor de  
84% imposible de efectuar un corte.

## II.- LICUACION DE AIRE

Las bajas temperaturas se producen por absorber calor a bajas temperaturas y disiparlo a temperaturas más altas.- Esto se realiza mediante un gasto de energía. Los métodos - que se usan son tres:

- 1.- Por cambio de fase
- 2.- Por el efecto de Joule-Thomson
- 3.- Por la máquina de expansión

Algunas veces se usan dos métodos al mismo tiempo, pero otras veces, se usan hasta los tres, cada uno siendo empleado en el intervalo dentro del cual sea más eficiente.

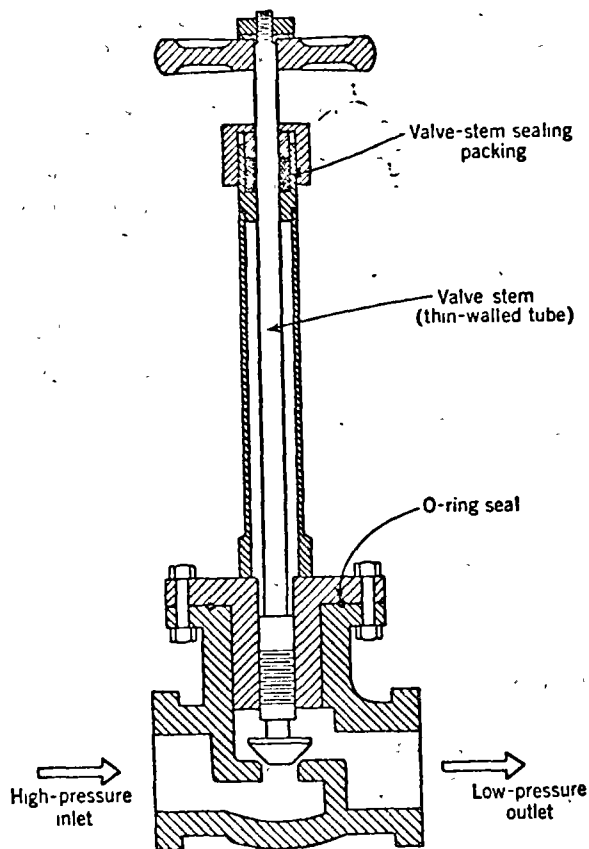
1.- Por cambio de fase.- En este sistema, el fluido en forma gaseosa, se comprime y se condensa a altas presiones. El calor de compresión es eliminado por un intercambio de calor con otro fluido que generalmente es agua y el fluido condensado se evapora a bajas presiones. El calor de vaporización es el que se usa para lograr bajas temperaturas. La condición necesaria y suficiente para que halla licuación - del gas es que se cumplan las siguientes relaciones:

$$T_r = \frac{T}{T_c} \leq 1$$

$$P_r = \frac{P}{P_c} \geq 1$$

$T_r$  y  $P_r$  , Temperatura y presión reducidas.  
 $T_c$  y  $P_c$  , Temp. °K y Presión, atm, críticas  
 $T$  y  $P$  , Temp. °K y Presión, atm, de trabajo.

A typical expansion valve, or Joule-Thomson valve, is shown in Fig. 3-59. Positive control on the valve position is necessary; thus, this type of valve is rarely spring-returned. If impurities were to cause the valve seat to stick, the spring force might not be sufficient to open the valve. Note that the high-pressure stream is not exposed to the valve stem. This helps in two ways: (1) sealing problems are reduced, since the pressure difference across the valve-stem seal is small; and (2) a thin-walled tube may be used as the valve stem, since there is no high pressure to tend to crush it.



**Fig. 3-59** A typical expansion or Joule-Thomson valve. The high-pressure stream is exposed to the lower part of the valve seat, thereby reducing sealing problems. The valve stem is a long-hollow, thin-walled tube, which reduces heat transfer and allows the stem sealing to be accomplished at ambient temperatures. The valve can be operated manually (as shown), hydraulically, pneumatically, or electrically.

The use of the thin-walled tubing as the valve stem reduces undesirable heat transfer down the valve stem. To eliminate the problem of galling of the threads on the valve stem, they may be lubricated with a solid lubricant, such as baked-on molybdenum disulfate, or brass may be used as the female-threaded member.

The critical task that the expansion valve should perform is to ensure that all the liquid formed after expansion is separated from the vapor. If liquid droplets are allowed to be entrained in the vapor, they will be carried out with the vapor through the heat exchanger, thereby short-circuiting the liquid reservoir. This separation may be achieved at the valve by centrifuge action. The liquid-vapor mixture may be given a swirling motion by short, curved outlet tubes or by having the mixture strike a curved plate as it leaves the valve.

### PROBLEMS

- 3-1** Determine the ideal-work requirement for the liquefaction of hydrogen beginning at 1 atm and 80°F. Also, determine the heat rejected in the ideal isothermal compressor, in Btu per pound mass compressed.
- 3-2** Determine the ideal-work requirement for the liquefaction of helium beginning at (a) 1 atm and 80°F and (b) 1 atm and 40°R. In each case, determine the heat rejected in the ideal isothermal compressor.
- 3-3** In an ideal system, nitrogen gas is compressed isothermally from 1 atm and 70°F to a high pressure and expanded through a reversible adiabatic expander to the saturated-liquid condition. Determine the absolute pressure of the gas at the end of the isothermal compression, assuming that the nitrogen gas obeys the van der Waals equation of state. For nitrogen,

$$a = 6.50 \text{ psia-ft}^6/\text{lb}_m^2$$

$$b = 0.0221 \text{ ft}^3/\text{lb}_m$$

$$R = 0.381 \text{ psia-ft}^3/\text{lb}_m\text{-}^\circ\text{R} = 0.0706 \text{ Btu}/\text{lb}_m\text{-}^\circ\text{R}$$

For a van der Waals gas, the change in entropy is given by

$$s_2 - s_1 = c_v \ln \frac{T_2}{T_1} + R \ln \frac{v_2 - b}{v_1 - b}$$

At the beginning of the compression process, the gas has a specific volume of 13.30 ft<sup>3</sup>/lb<sub>m</sub>.

- 3-4** Determine the average Joule-Thomson coefficient (i.e., approximate the derivative by finite differences) for gaseous nitrogen for expansion from 200 atm and 540°R to 100 atm. Express your answer in degrees Rankine per atmosphere. Compare with the Joule-Thomson coefficient for gaseous helium from 200 atm and 540°R to 100 atm. Be sure to include the algebraic sign in your answer.
- 3-5** Determine the average Joule-Thomson coefficient for air from 200 atm and 540°R to 100 atm. Compare this with the Joule-Thomson coefficient for air from 100 atm and 540°R to 50 atm. (Approximate the derivative by finite differences.) Include the sign of the Joule-Thomson coefficient in your answer.
- 3-6** For nitrogen gas, determine the inversion temperature and pressure from the T-s diagram and plot for the temperature range between 140 and 540°R.



PROCESO DE LICUACION.- Desde el punto de vista termodinámico el proceso queda explicado por el diagrama de la Fig.

2.

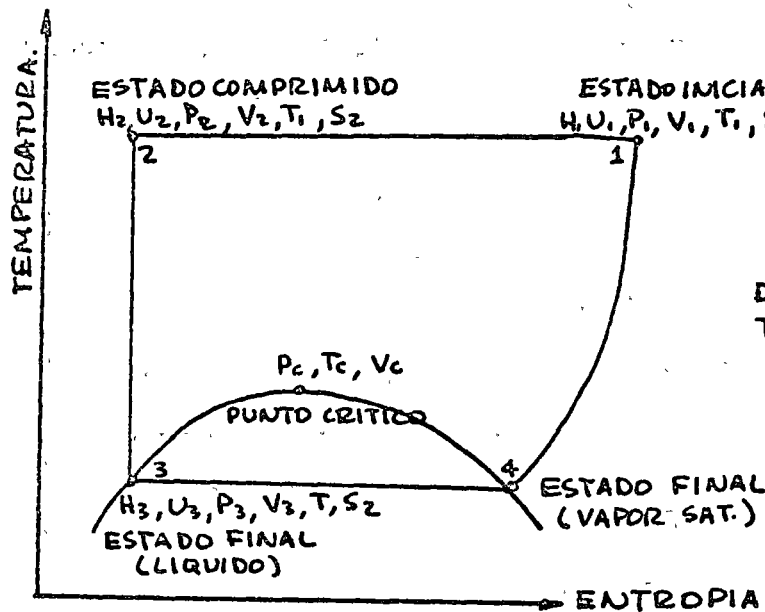


FIG. 2 :  
DIAGRAMA  
TERMODINAMICO

Para describir el diagrama partamos de los siguientes conceptos:

Temperatura.- Esta función termodinámica expresa el -- grado de la cantidad de movimiento que contengan las moléculas como promedio en una masa gaseosa. A mayor energía cinética será mayor la temperatura

$$T = f ( \bar{e}_k )$$

Energía Interna.- Es la magnitud que nos proporciona la idea del conjunto de energías cinéticas que tienen las moléculas en una masa gaseosa. Si existe n moléculas, entonces la energía interna será proporcional al número de moléculas multiplicado por la energía cinética promedio

$$U = f ( n \bar{e}_k )$$

10/62

Como  $n$  es proporcional a la masa  $m$  y la  $\bar{e}_k$  es proporcional a la temperatura, introduciendo una constante de proporcionalidad  $C_e$ , llegamos a una fórmula muy conocida

$$U = C_e m T$$
$$\therefore \Delta U = m C_e \Delta T$$

en donde  $C_e$  es el calor específico.

Entalpia.- Es la suma de la energía interna más el trabajo de expansión que haya causado el gas a consecuencias de un suministro de calor

$$H = U + PV$$
$$\therefore \Delta H = \Delta U + P \Delta V$$

Entropia.- La entropia ( $S$ ) es un concepto que da idea del grado de movimiento que tienen las moléculas en función del calor y de la temperatura mediante la siguiente fórmula:

$$\Delta S = \frac{\Delta Q}{\Delta T}$$

Suponiendo que tenemos un líquido en equilibrio con su vapor. Es lógico que la cantidad de movimiento que tienen las moléculas en el vapor sea mayor que las moléculas en el líquido. Por lo tanto, la entropia de la fase vapor será mayor que la de la fase líquida. Si se quiere aumentar la entropia del sistema se tiene que agregar calor para cambiar

la fase del líquido al vapor. Aunque la temperatura permaneció constante al cambiar de fase, se creó un aumento de entropía por haber aumentado la energía interna de acuerdo -- con

$$\Delta S = \frac{\Delta Q}{T}$$

Ya con estos conceptos en mente procederemos a explicar el diagrama de la figura 2. El gas, en el estado inicial 1 va a comprimirse hasta llegar al estado comprimido 2. La -- temperatura se mantiene constante debido a que en esta etapa se enfría la compresora con agua. Por lo tanto, solo hubo un cambio de volumen de mayor a menor. Al reducir el volumen se reduce la libertad de movimiento molecular por lo que la entropía baja de  $S_1$  a  $S_2$ . El gas se encuentra ahora con -- presión alta y comprimido. Al someterse a una expansión súbita se va a provocar un descenso de la temperatura y va a haber una fracción de líquido y otra de gas, ambos a la misma temperatura. Por lo tanto, nos encontramos entre el punto 3 y el punto 4. Estos dos puntos están sobre la curva de interfase. En el óptimo de esta curva se localizan las condiciones críticas de temperatura y presión. Al lado derecho de este máximo será la interfase entre vapor y gas, y en el lado izquierdo, la interfase entre líquido y sólido. El punto 3 es 100% líquido y el punto 4, 100% vapor. La distancia entre estos dos puntos ~~indica~~ o la fracción de ella indicará la fracción de líquido junto con la fracción vapor en -- equilibrio. Nos aproximaremos más a la vertical (paso de 2

a 3) a medida que se pueda extraer trabajo en la expansión. Al eliminar la fase líquida nos colocamos exactamente en el punto 4 que es un vapor saturado. Al <sup>agregar</sup> carga (aire) fresca, - las moléculas del vapor ganan energía y nos sitúa en el punto 1 de partida.

El análisis termodinámico es como sigue: la energía por unidad de masa de gas que entra a la compresora es

$$H_1 = U_1 + P_1 V_1$$

la energía de la unidad de masa que sale de la compresora - es

$$H_2 = U_2 + P_2 V_2$$

por lo que  $H_2 - H_1 = W_1 - Q$  donde  $W_1$  es el trabajo de compresión y  $Q$  es el calor que gana el agua de enfriamiento de la compresora.

Para la expansión isentrópica (no hay pérdida ni ganancia de calor puesto que es un fenómeno efectuado en un tiempo muy corto por la expansión súbita)

$$H_2 - H_3 = W_2$$

en donde  $W_2$  es el trabajo que cede o realiza la máquina de expansión. De allí que

$$H_1 - H_3 = W_2 - W_1 + Q$$

Sin embargo  $Q = T \cdot \Delta S = T(S_1 - S_2)$   
el trabajo neto será  $W = W_1 - W_2 = H_3 - H_1 + T \Delta S$

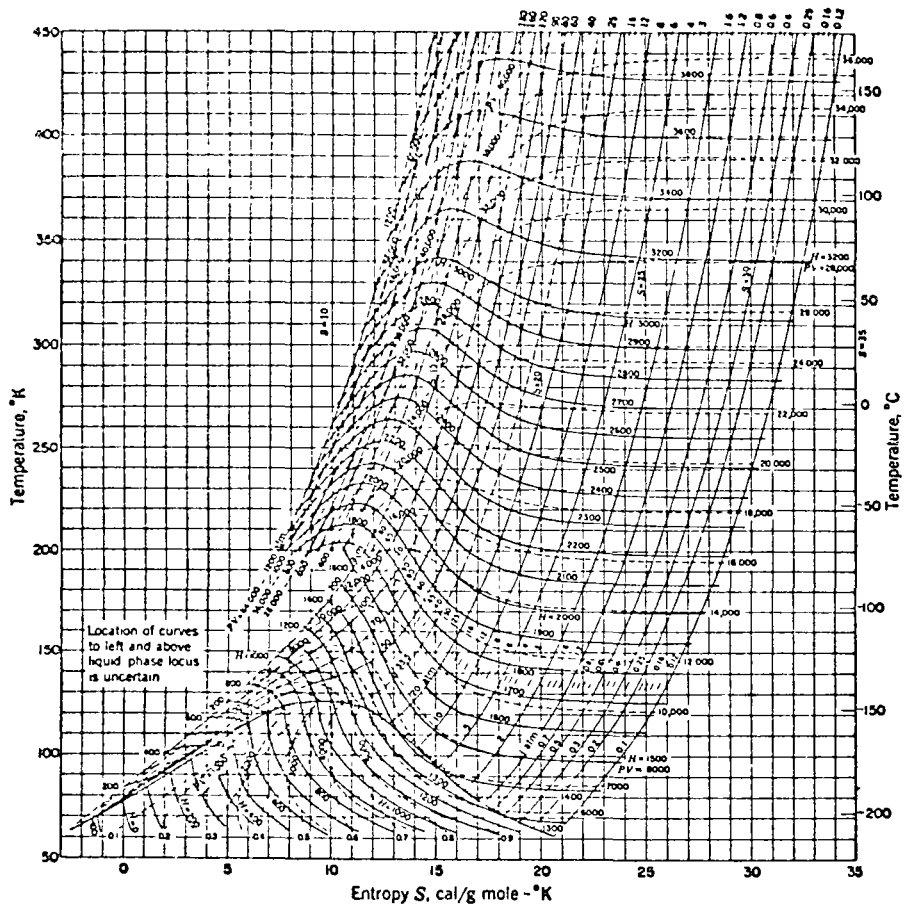


Fig. D-7 Temperature-entropy diagram for nitrogen. Pressure is in atmospheres,  $PV$  in atmospheres per cubic centimeter per gram mole, and enthalpy in calories per gram mole (E. S. Burnett, U.S. Bureau of Mines, Amarillo, Tex.)

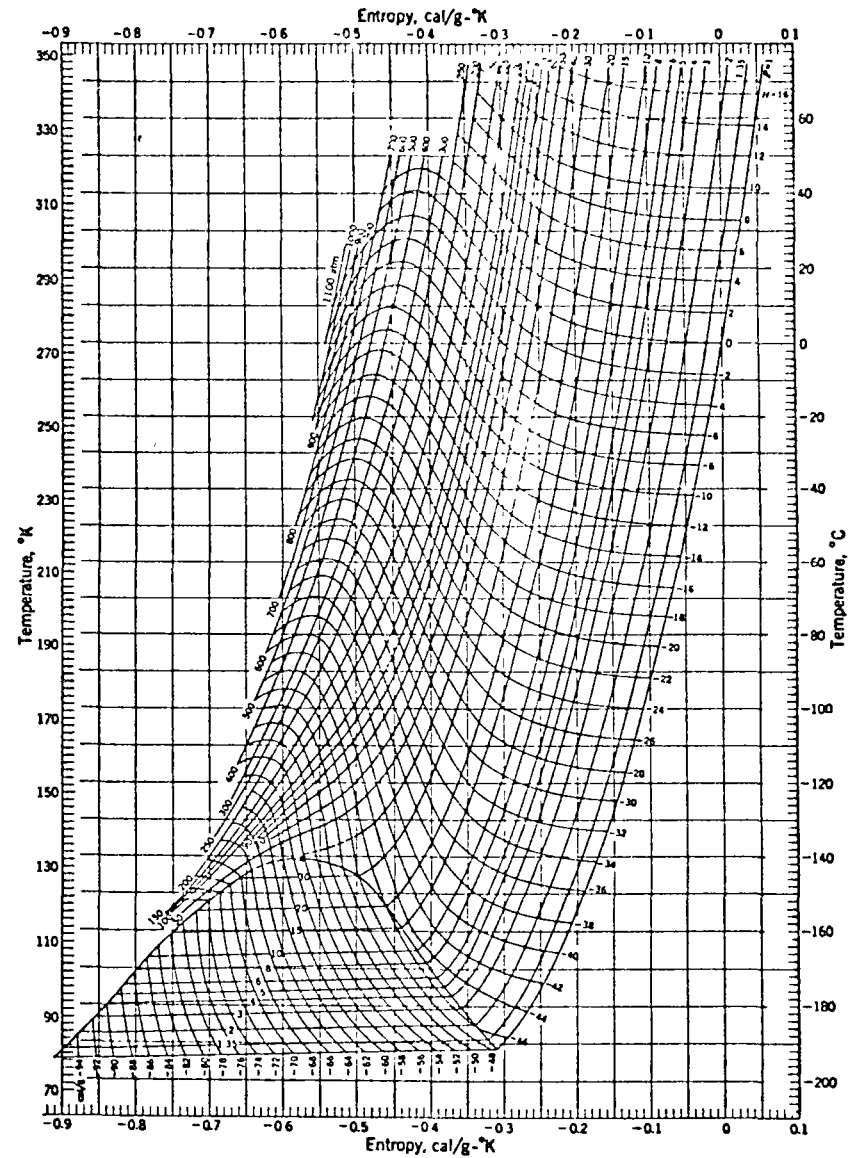


Fig. D-8 Temperature-entropy diagram for air. Pressure is in atmospheres and enthalpy in calories per gram (High-pressure measurements from A. Michels, T. Wassenaar, and G. J. Wolkers, *Appl. Sci. Res.*, sec. A5, p. 121, 1954; low-pressure measurements from L. C. Clator and D. B. Crawford, *Trans. ASME*, vol. 71, p. 885, 1949.)

12/6/2

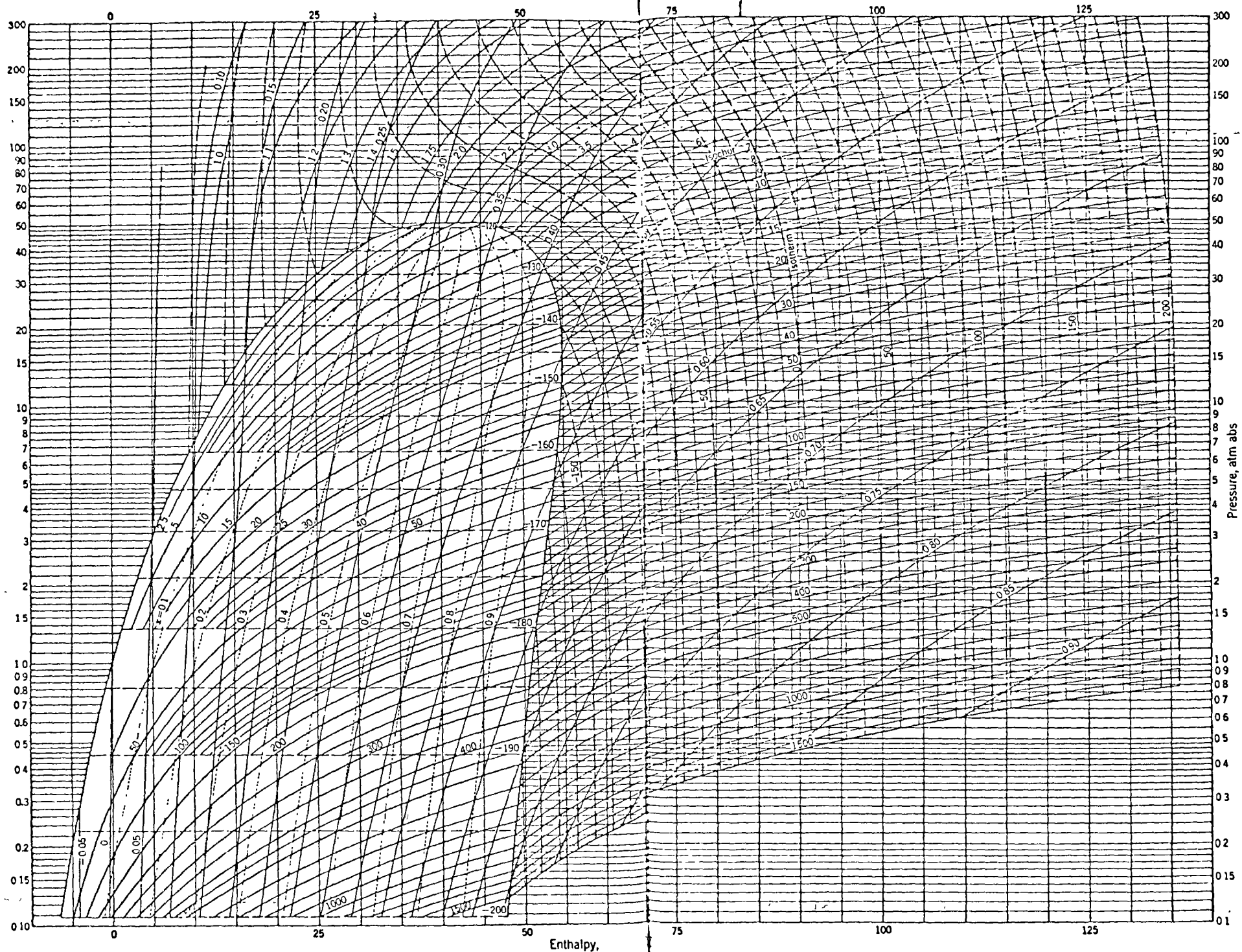


Fig. D-9 Pressure-enthalpy diagram for oxygen. Temperature is in degrees centigrade, volume in cubic centimeters per gram, and entropy in calories

per gram per degree Kelvin. (Institut International du Froid, Laboratoire Kamerlingh Onnes, Leiden, The Netherlands, Dec. 1, 1912.)

14/62

$$-W = \Delta H - T \Delta S$$

El análisis así presentado indica solo el mínimo de -- trabajo teórico requerido para licuar al gas. Las cartas -- anexas, Fig. 3, 4 y 5, son los diagramas termodinámicos para el aire, oxígeno y nitrógeno sobre los cuales, será posible trazar el ciclo que se efectúa en la planta y poder, finalmente, delucidar la eficiencia de la planta con respecto al teórico obtenido según la descripción arriba mencionado.

PROCESOS DE LICUACIÓN.- Las diversas combinaciones de sistemas para licuar el aire ha dado lugar a una serie de procesos cuyo nombre es debido al autor que hizo una combinación dada. Entre los más importantes podemos señalar los siguientes:

PROCESO DE HAMPSON.-

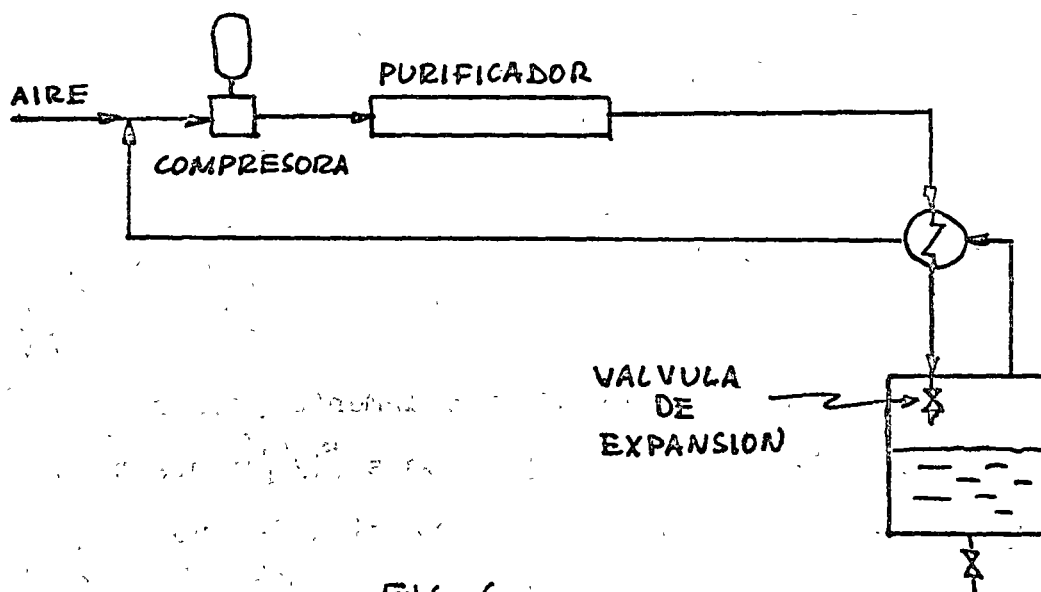


FIG. 6

Si se quiere aumentar la eficiencia del proceso Hampson se podría usar un equipo de refrigeración auxiliar

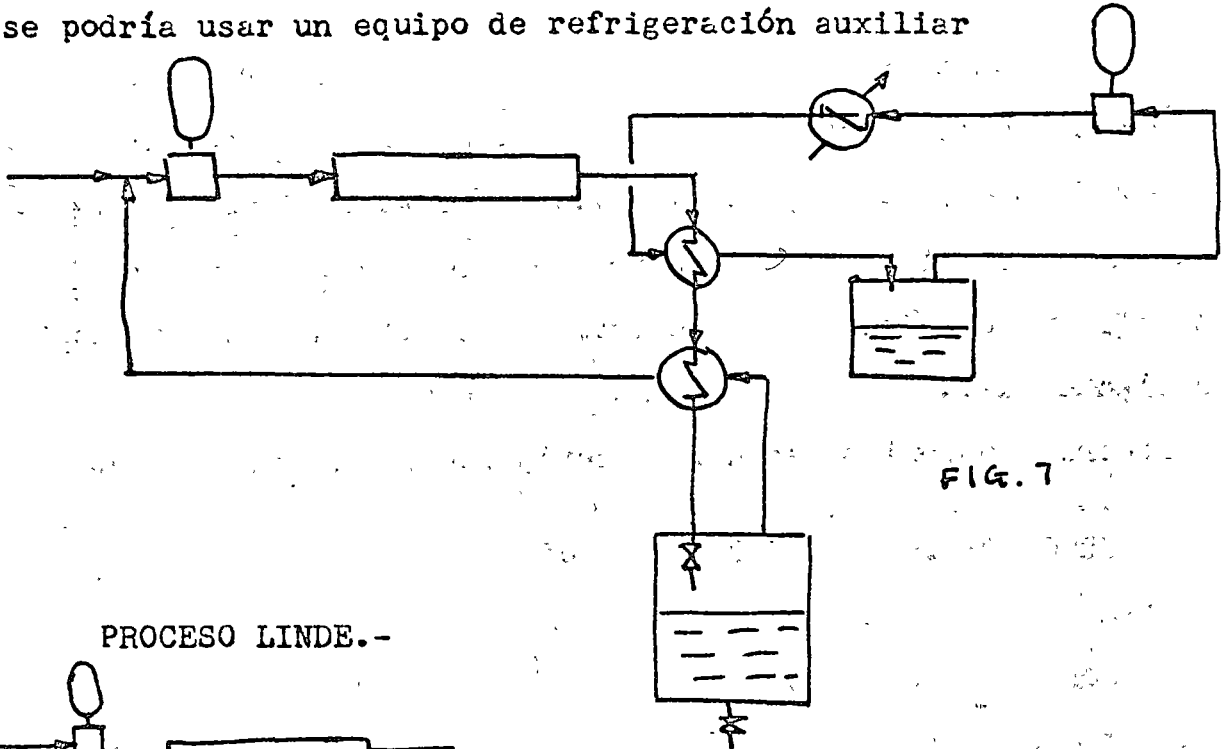


FIG. 7

PROCESO LINDE.-

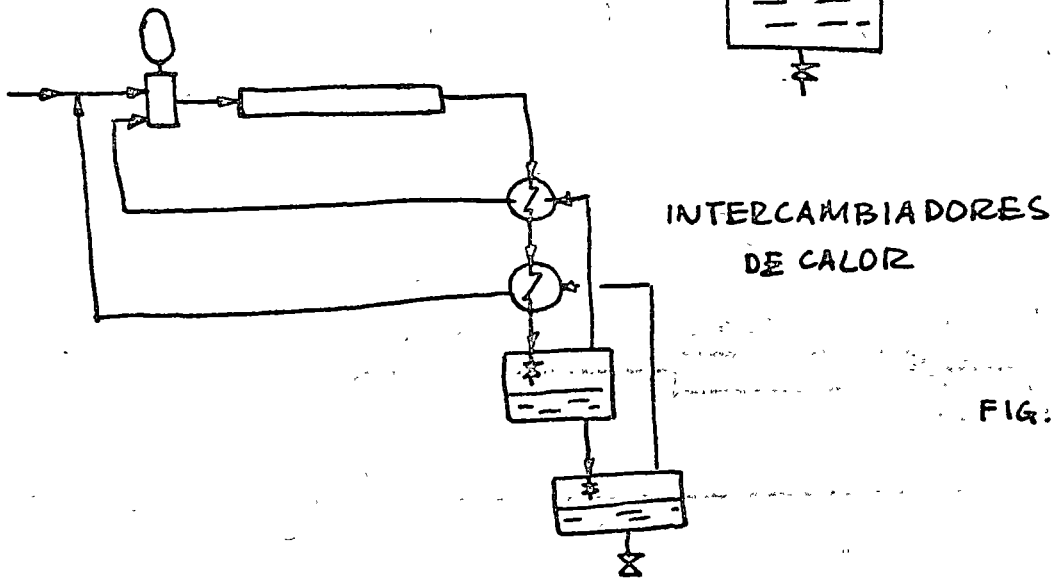
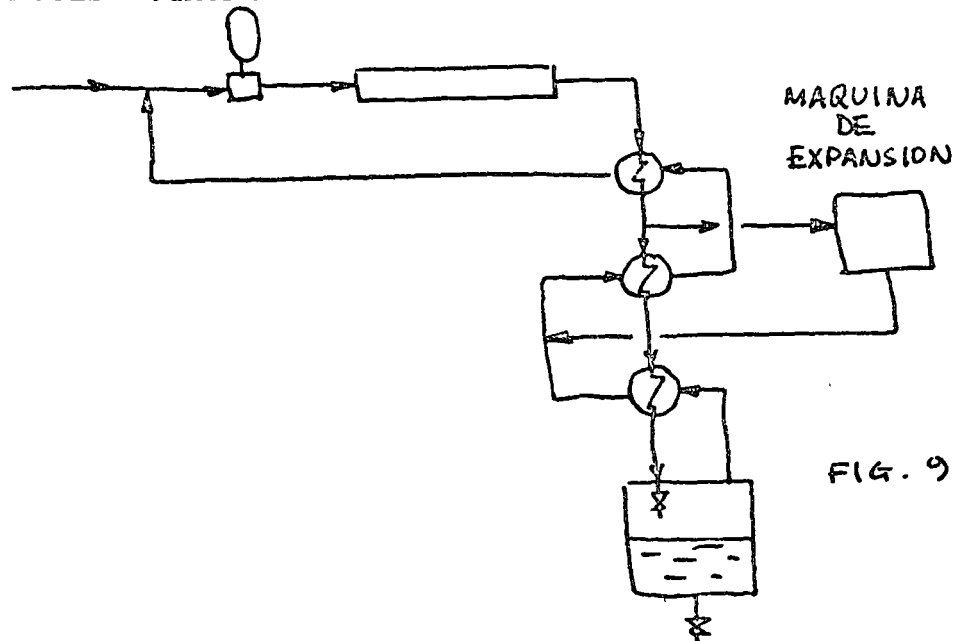


FIG. 8

Puesto que la compresión es aproximadamente proporcional al logaritmo de la relación de presiones  $P_2/P_1$ , y mientras que el enfriamiento por la válvula de expansión es proporcional a la diferencia  $p_2 - p_1$ , este proceso, por incrementar  $p_1$ , produce un sistema más barato que el proceso Hampson.



## PROCESO CLAUDE. -



El hecho que introduzca un equipo para quitar trabajo del proceso lo hace más eficiente que los anteriores. La máquina de expansión originalmente era del tipo reciprocante, pero actualmente, se usan, en la mayoría de los casos, turbinas.

PROCESO KAPITZA.- En este proceso, la innovación más importante, son los regeneradores. Ellos son recipientes -- que contienen rollos de tiras de aluminio corrugado, uno sobre otro hasta lograr la altura del regenerador. El aire a alta presión pasa por uno de ellos (el de operación) y como está frío el  $\text{CO}_2$  y el  $\text{H}_2\text{O}$  se condensan obteniéndose un aire seco y frío. Parte de los vapores que se obtienen en el proceso de licuación se utiliza para regenerar al regenerador. Estos vapores pasan por este recipiente en sentido contrario a como pasó el aire original. Como están libres de impurezas

Las impurezas acumuladas en la operación son arrastradas por estos vapores. Además, estos vapores enfrían al interior del ~~del~~ recipiente sirviendo de un almacenador de "frio" que va a servir para enfriar al aire en operación. El igualador de temperatura es un pequeño recipiente que contiene carbón y que sirve para amortiguar los cambios bruscos de temperatura del aire que proviene de los regeneradores al hacer el - cambio de operación de ellos. El igualador proporciona la - ventaja de que hace llegar el aire a la turbina de expansión a una temperatura más o menos constante causándole menos - problemas de operación.

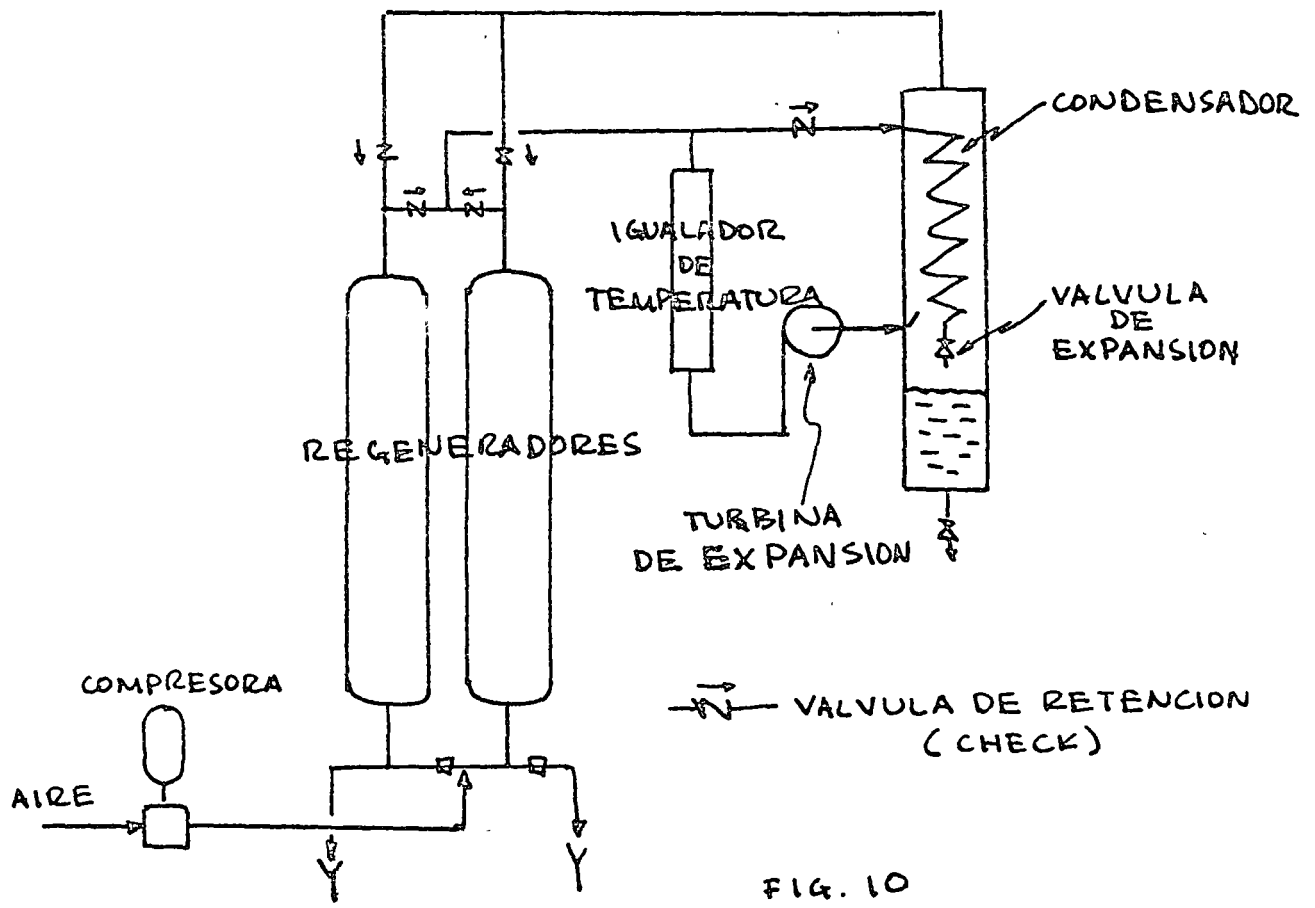
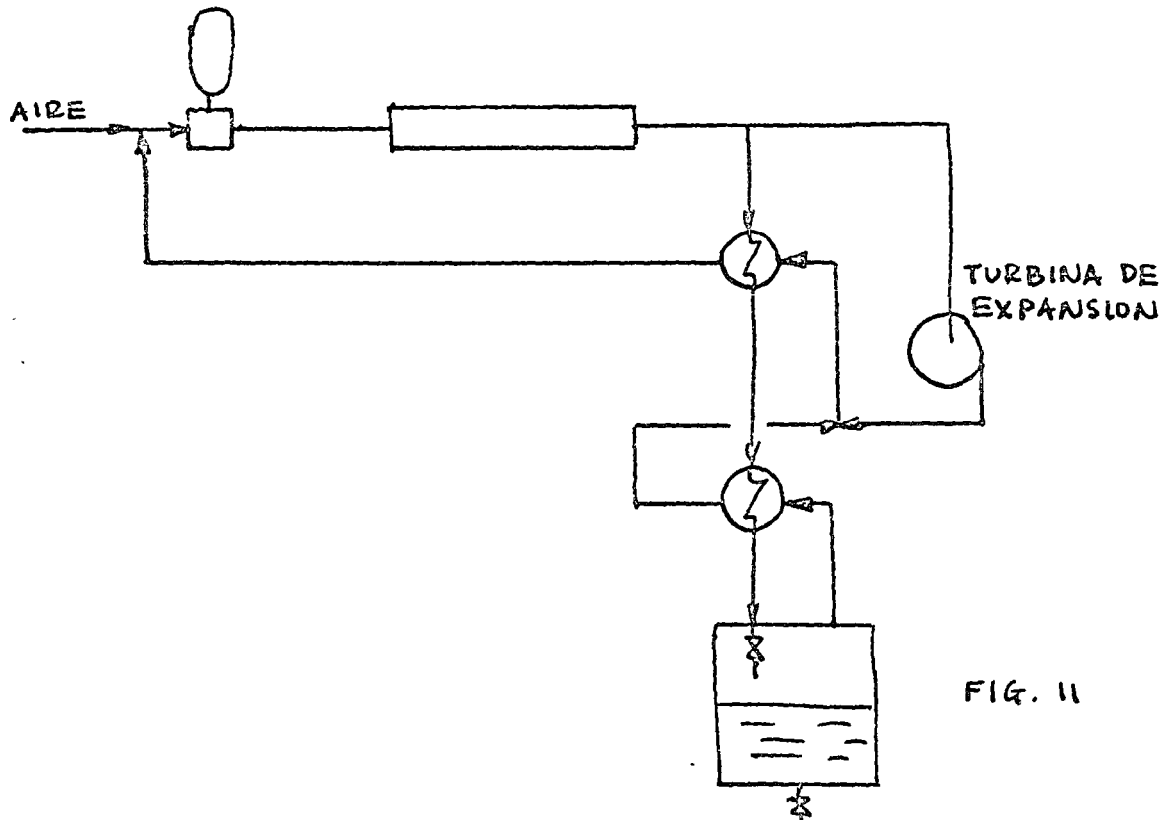
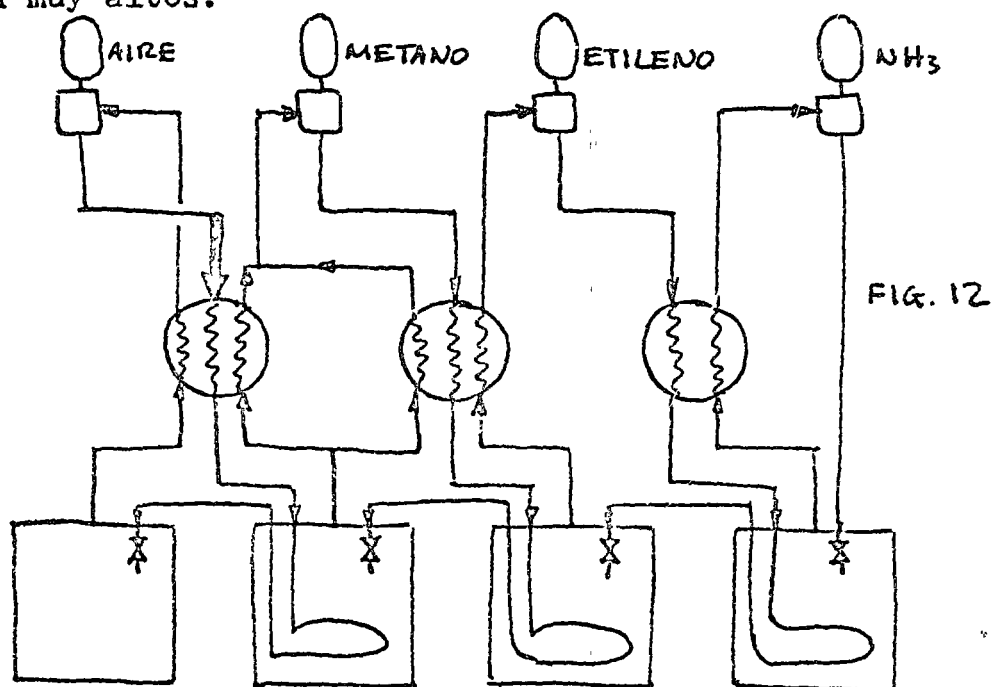


FIG. 10

PROCESO HEYLANDTL.-



PROCESO DE CASCADA.- Este proceso es el más eficiente de todos pero tiene la desventaja de que los costos de operación son muy altos.



### III.- PURIFICACION

El término purificación denota la separación de pequeñas cantidades de contaminantes indeseables de un gas que se va a procesar; por ejemplo, la separación del agua y del CO<sub>2</sub> antes de la licuación. A diferencia de la purificación, está la separación, que concentra y conserva los componentes. Se cuenta con tres sistemas de purificación, a saber: purificación química, por refrigeración y por adsorción física.

Purificación química.- En este sistema el aire se hace pasar por unas sustancias capaces de reaccionar con las impurezas. Las sustancias que más se usan son: Bases fuertes como el KOH, NaOH y un ácido fuerte y anhidro como el H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Debido a las dificultades que representa el manejo de estas sustancias solo se usa este sistema para pequeñas unidades de laboratorio.

Purificación por refrigeración.- Por medio de compresoras y enfriadores es posible eliminar las impurezas por condensación a alta presión y baja temperatura. Este sistema se usa para plantas industriales de licuación de aire.

Purificación por adsorción física.- Existen sustancias capaces de adsorber en su superficie a sustancias como el agua y el bióxido de carbono. Estas sustancias son la sílica gel (gel de sílice) y la alúmina. La adsorción se favorece a bajas temperaturas y a presiones altas. Para la regeneración

ración se usa aire caliente y a baja presión. En el proceso Kapitza se usan estos dos últimos principios de purificación, y es el que se usan en la mayoría de los procesos de licuación.

### IV.- RECTIFICACION

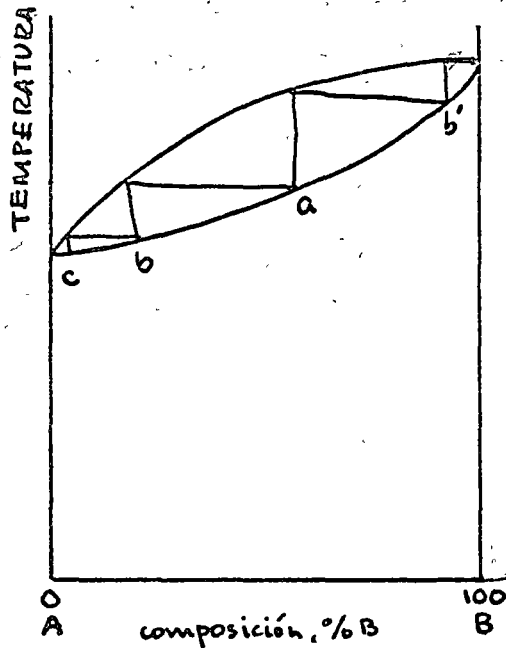


FIG. 13 -  
DIAGRAMA DE FASES

La operación de una columna de rectificación depende de las diferentes presiones de vapor de los componentes de una mezcla que vaya a rectificarse. Así que cuando halla equilibrio entre las fases vapor y líquido de la mezcla, los componentes de más bajo punto de ebullición tiende a concentrarse en la fase vapor. La Fig. 13 es un diagrama de equilibrio de fases mostrando las relaciones entre las fases vapor-líquido de tal mezcla. La curva superior es la curva de "los puntos de rocío", o sea, la temperatura a la cual el vapor de una cierta composición empieza a condensarse. La curva inferior muestra la temperatura a la cual el líquido de una cierta composición empieza a hervir. Así que para una temperatura dada de equilibrio entre el líquido y el vapor, el punto correspondiente en la curva superior indicará la composición del vapor, y el punto sobre la curva inferior

bajo la misma ordenada dará la composición del líquido. Es evidente que una simple evaporación efectuará una separación parcial; el vapor será más rico del componente más volátil y el líquido restante será más rico del componente de más - alto punto de ebullición.

La columna de rectificación es un mecanismo en el cual se efectúan un gran número de evaporaciones en cascada. Una columna de rectificación común y corriente consiste de un hervidor en el fondo y un cierto número de charolas o platos colocados a cierta separación dentro de la columna y estos platos pueden contener un cierto nivel de líquido en el cual los vapores ascendentes tienen que ponerse en contacto. Existe un condensador en la parte superior de la columna en donde los vapores se condensan regresándose el condensado al interior de la columna. Solo una parte se permite que regrese y la diferencia será el destilado.

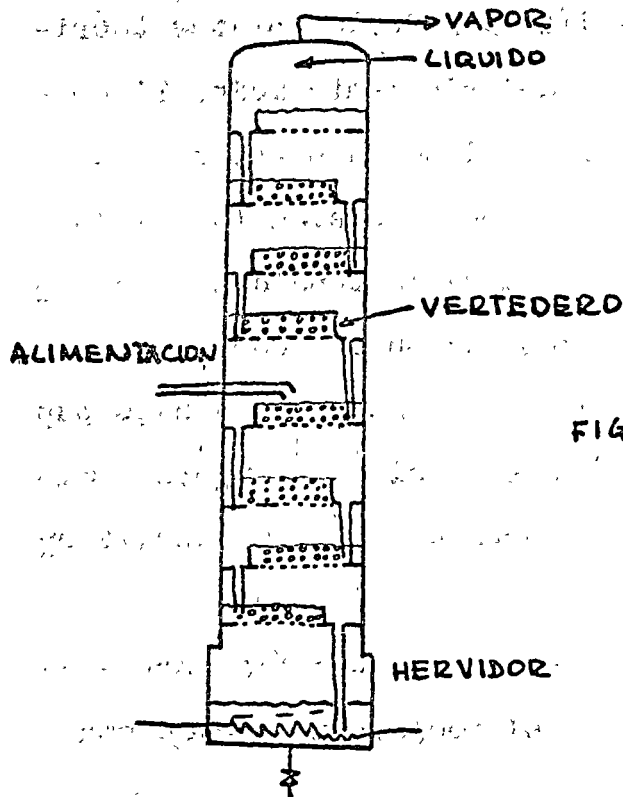


FIG. 14. COLUMNA DE RECTIFICACION

En la Fig. 14 se muestra el diagrama de una columna rectificadora con platos perforados. Las perforaciones son tan pequeñas (cerca de 1 mm de diámetro) que el vapor que sube evita que el líquido fluya hacia abajo por los que se mantiene un nivel líquido controlado por el derrame del vertedero conduciéndolo hacia el siguiente plato inferior. Un "plato teórico" lograría el equilibrio completo indicado en el diagrama de fase de la fig. 13. Por lo tanto, el líquido en el plato contiguo superior tendrá la misma composición del vapor del plato de abajo. Esto implica que hay una diferencia de temperatura definida entre las charolas de líquidos de diferente composición. (Para este análisis puede suponerse que la presión dentro de cualquier punto de la columna es la misma). Esta diferencia de temperaturas (y diferencia en composición) entre los líquidos de los platos teóricos adyacentes pueda explicarse del siguiente modo: Si consideramos dos platos y el superior tiende a enfriarse, una condensación extra de los vapores que se elevan lo calentará. Por otro lado, si el plato tuviera la tendencia a calentarse debido a un exceso de concentración del componente de más alto punto de ebullición, el componente de más bajo punto de ebullición en los vapores que se elevan tenderá a diluir la mezcla, incrementando su presión de vapor permitiendo bajar la temperatura.

Las líneas que forman los peldaños entre las curvas de equilibrio de la Fig. 13 ilustran el comportamiento de una -



columna de rectificación c on varios platos. Supongamos que vapor saturado de composición  $a$  se alimenta a un nivel intermedio apropiado tal como se indica. Después de que se han alcanzado condiciones de operación estables, el líquido en el plato inmediato superior tendrá la misma composición. El vapor arriba de este plato contiguo, sin embargo, tendrá la composición indicada por  $b$ . Del mismo modo, un plato adicional dará la composición en  $c$ , y así agregar y agregar más platos para podernos acercar a la composición o pureza del componente más volátil. El mismo argumento es aplicable para la parte inferior del punto de alimentación.

V.- DESCRIPCION DE UNA PLANTA DE OXIGENO

El aire que va a licuarse se toma de la atmósfera usando un tubo vertical tipo chimenea. Debido a que la presión de succión de la compresora es menor que la atmosférica el aire puede pasar por un filtro de baja caída de presión. El aire se comprime en una compresora tipo turbina y el aire de descarga pasa a unos enfriadores de rociado de agua. En estos equipos se satura al aire con vapor de agua que va a ser eliminada en los cambiadores de calor en donde por enfriamiento se condensan el vapor de agua y el bióxido de carbono. Esta operación se realiza en el primer tren de intercambiadores en donde existen válvulas para dirigir una corriente de aire seco y enriquecido con nitrógeno para eliminar esas impurezas. De allí el aire pasa por otro tren de intercambiadores para lograr una licuación parcial. Esta corriente se alimenta directamente al fondo de la columna inferior. Tanto el oxígeno como el nitrógeno que se obtienen rectificadas en la columna intercambian su "frio" con las corrientes de alimentación a la columna obteniéndose como productos gaseosos y se envían a las otras áreas para su consumo aunque una parte se almacena en recipientes especiales para casos de emergencia. El diagrama de la Fig. 15 describe más o menos bien el proceso.

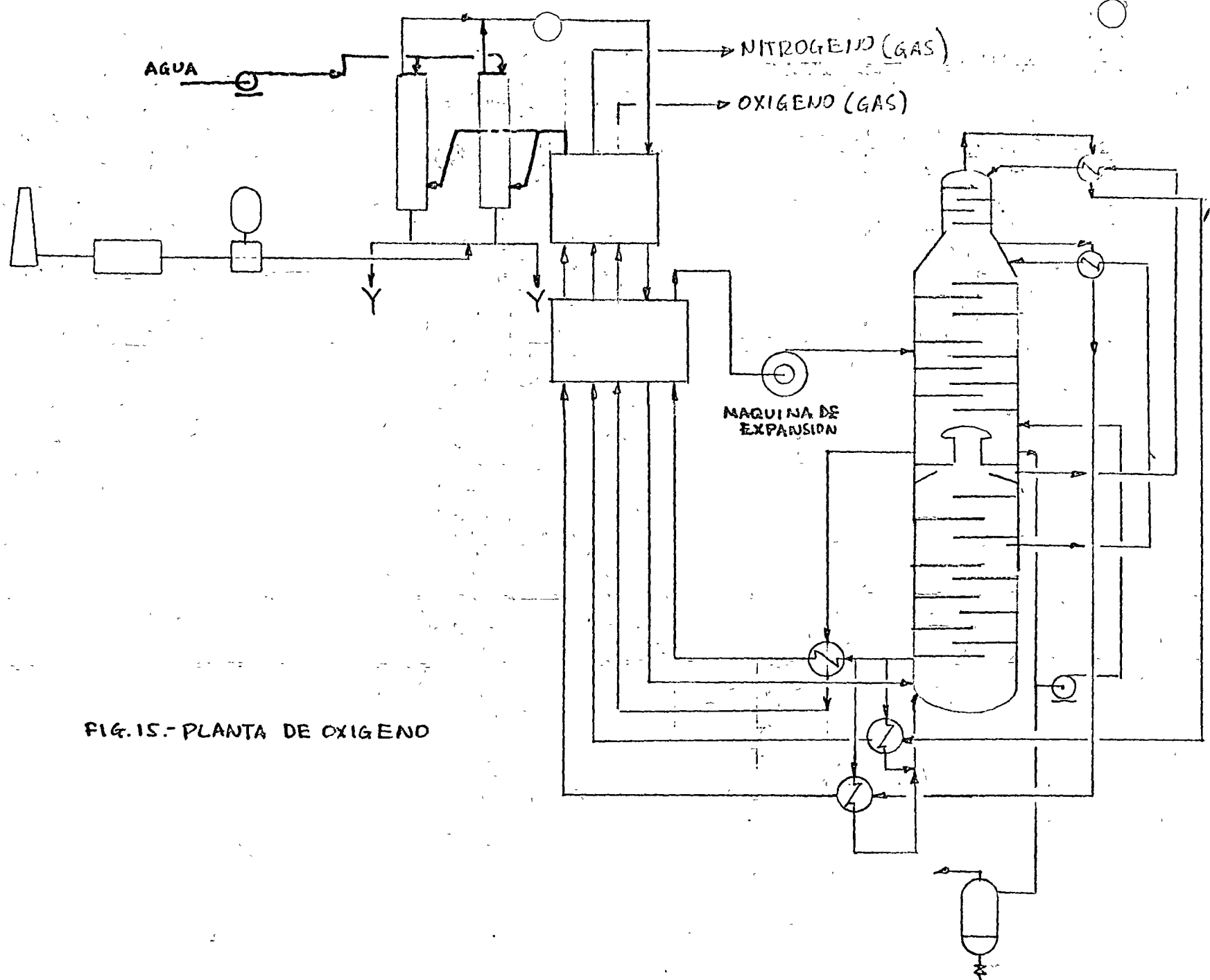


FIG. 15.- PLANTA DE OXIGENO

20/12

## Chapter V

### LOW-TEMPERATURE THERMOMETRY

5.1. The accurate measurement of temperature is often the most difficult aspect of a cryogenic project. It sometimes appears that very exacting demands have to be met with inadequate thermometers and an unsatisfactory temperature scale. However, although methods and apparatus usable at low temperatures are far from being standardized, there is available a great deal of information. Several types of thermometers have been investigated and developed to a stage of usefulness, and as a rule, it is possible to choose a method which will yield acceptable results even though it is recognized that improvement is urgently needed. This chapter is concerned primarily with practical thermometry; the peculiarities, advantages and limitations of the various instruments and techniques that have been applied successfully to the measurement of very low temperatures. It is hoped that the information presented here will help the investigator to choose the method of temperature measurement most suited to his particular application.

The importance of choosing the thermometer or method which best fits the need is not always recognized. In some instances there is little or no freedom of choice. For example, the magnetic thermometer is the only device that has proved suitable thus far for the absolute measurement of temperature below 1°K, and the semiconducting resistance thermometer is the only secondary thermometer found to be useful at such temperatures. However, in most cases there is latitude in the selection of the method of temperature measurement, and the requirements should be carefully considered when a method is selected. The many possible methods vary greatly in respect to the following characteristics:

- (1) Absolute accuracy on the thermodynamic scale
- (2) Reproducibility—maintenance of calibration from day to day or year to year
- (3) Sensitivity—ability to detect a small change of temperature
- (4) Stability at constant temperature (required of thermostats and thermometers used to determine a change of temperature)
- (5) Ability to measure small temperature differences

28/62

- (6) Simplicity of operation
- (7) Heating effect
- (8) Heat conduction
- (9) Heat capacity
- (10) Cost
- (11) Convenience

Other characteristics may be of importance in some applications. It is necessary for the user to decide which qualities are of the greatest importance in his particular application and choose the most suitable thermometer accordingly.

### I. TEMPERATURE SCALES AND FIXED POINTS

5.2. International Temperature Scale of 1948. The International Temperature Scale [1] was established so that laboratories throughout the world would have a common basis for temperature measurement. It consists of a set of definitions, formulas, values of physical constants, and experimental procedures adopted by international agreement. It is a centigrade scale, although in its adoption it was recognized that the Kelvin scale is the fundamental thermodynamic scale to which all temperature measurements should ultimately be referable. The first International Temperature Scale was adopted in 1927, and in 1948 was superseded by an improved scale. Unfortunately for workers at low temperatures, the International Temperature Scale extends only down to  $-183^{\circ}\text{C}$ . In the temperature region below  $630.5^{\circ}\text{C}$  it is defined by four fixed temperatures and a formula which gives the temperature-resistance relation of a standard strain-free platinum resistance thermometer calibrated at these fixed temperatures. The fixed temperatures are: (1) the normal boiling point of oxygen, having the assigned value  $-182.97^{\circ}\text{C}$ ; the melting point of ice,  $0^{\circ}\text{C}$ , the normal boiling point of water,  $100^{\circ}\text{C}$ ; and the normal boiling point of sulfur,  $441.600^{\circ}\text{C}$ . The temperature-resistance relation of the platinum resistance thermometer below  $0^{\circ}\text{C}$  is

$$R_t = R_0[1 + At + Bt^2 + C(t - 100)t^3]$$

where  $R_t$  is the resistance at the temperature  $t^{\circ}\text{C}$ ,  $R_0$  is the resistance at the ice point, and  $A$ ,  $B$ , and  $C$  are constants determined by calibration conforming to specified procedures at the fixed points. Details of these procedures are given in reference [1].

5.3. National Bureau of Standards Scale Below  $90^{\circ}\text{K}$ . In 1939, Hoge and Brickwedde [2] calibrated a number of platinum resistance thermometers by means of a gas thermometer in the temperature region  $11^{\circ}$  to  $90^{\circ}\text{K}$ . The resulting temperature scale has been the basis of NBS calibrations below  $90^{\circ}\text{K}$  since that time. In establishing this scale the authors used the oxygen boiling point as the known temperature to which all their measurements were referred. They assigned the value  $90.19^{\circ}\text{K}$  to this point as being consistent with the

centigrade value given by the International Temperature Scale and the then "best" value of the thermodynamic temperature of the ice point,  $273.16^{\circ}\text{K}$ . They estimated the accuracy as  $\pm 0.02$  degree. This scale has been used to determine the vapor pressures and triple points of normal and parahydrogen [3] and the vapor pressure, triple point, and solid-solid transition temperature of oxygen [4]; thus in these regions the scale can be reproduced without resort to direct comparisons with the thermometers calibrated at NBS.

5.4. Low-Temperature Scale of Pennsylvania State University. The fundamental gas-thermometer measurements of Moessen, Aston, and Asch [5] constitute an important contribution to thermometry at low temperatures. Their work was more precise than that of NBS [2]; it was estimated that their determinations agree with thermodynamic scale within  $0.005^{\circ}\text{K}$ . They determined the temperature of the normal boiling point of oxygen to be  $90.154^{\circ}\text{K}$  and that of normal hydrogen  $20.365^{\circ}\text{K}$ . They also calibrated some platinum resistance thermometers, including one that had been calibrated on the NBS scale below  $90^{\circ}\text{K}$ . It was found that when proper allowance was made for the difference in oxygen points, the two scales agreed to within 0.02 degree, the accuracy claimed by Hoge and Brickwedde.

5.5. Helium Vapor-Pressure Scale. Practical temperature measurements in the range  $1^{\circ}$  to  $4.2^{\circ}\text{K}$  are nearly always referred to the temperature scale based on the vapor pressure of helium. In July 1948, a specific vapor-pressure temperature relationship was adopted by agreement at an informal meeting held in Amsterdam between representatives of cryogenic laboratories in Holland, the United States, and Great Britain. Since the adoption of this scale, errors and irregularities have been found, and efforts have been made to obtain a more accurate relation. At the Conference on Low Temperature Physics at Paris in September 1955 [6], several papers on this subject were presented and a special session of conference delegates was convened to consider the adoption of an improved scale, based on a theoretical treatment of Van Dijk and Durieux [7]. Their scale had been found to be in much better agreement with later experiments than the 1948 scale. The result of the special session was that the delegates voted to recommend the use of the new scale. The vapor pressures of helium given in Chapter 9 conform with the 1955 scale.

5.6. Fixed Points. The triple point of a pure material constitutes an excellent fixed point for thermometry. The only additional requirement for accuracy is the establishment of thermal equilibrium. A very elegant and precise way of insuring thermal equilibrium is to perform the measurements in an adiabatic calorimeter like that mentioned later in this chapter, Figure 5.6. However, such elaboration is unnecessary if a sufficient amount of the pure material is available. For example, the triple point temperatures of hydrogen, nitrogen, or oxygen are easily realized by lowering the pressure over the boiling liquid. Some solid-solid transition temperatures are suitable as fixed

points but these do not approach the perfection of the solid-liquid-vapor triple points; calorimetric studies show that the solid-solid transition usually takes place over a narrow range of temperatures rather than at a precise single temperature. One should be wary of using commercial liquid nitrogen to realize the nitrogen triple point. Since air contains almost 1 percent of argon, it is possible that the liquid nitrogen which is essentially oxygen-free may still contain enough argon to seriously affect the triple point. Nitrogen prepared by the decomposition of a pure crystalline nitrogen compound is much more likely to have the required purity.

TABLE 5.1. FIXED POINTS BELOW 90°K

Point	Temperature, °K	
Helium $\lambda$ point	2.186	$\pm 0.010$
Helium boiling point	4.211	$\pm 0.01$
Parahydrogen triple point	13.81	$\pm 0.02$
Parahydrogen boiling point	20.27	$\pm 0.02$
Neon triple point	24.56	$\pm 0.02$
Neon boiling point	27.07	$\pm 0.02$
Oxygen transition point	43.70	$\pm 0.10$
Oxygen triple point	54.33	$\pm 0.03$
Nitrogen transition point	35.5	$\pm 0.10$
Nitrogen triple point	63.14	$\pm 0.02$
Nitrogen boiling point	77.35	$\pm 0.02$

Table 5.1 lists some fixed points which are of value in low-temperature thermometry. Many of these were taken from the survey made by Hoge [8]. The variation noted with temperature is an estimate of accuracy based on the disagreement among recent measurements and an estimate of the probable accuracy of the temperature scale used. This is not a critical survey. The fixed points are listed here for the reader's convenience.

## II. GAS THERMOMETRY

5.7. Although most of the temperature scales in use today are realized by calibrating certain interpolation instruments at fixed points, they are based on measurements with a gas thermometer, since this instrument is the most accurate means yet devised for determining true thermodynamic temperature according to the definition of Lord Kelvin.

Before proceeding with the discussion of gas thermometry it will be necessary to describe a recent important innovation in the definition of absolute or thermodynamic temperatures. The thermodynamic scale originally proposed by Lord Kelvin was based on two fixed points, the temperature of melting ice and that of boiling water, more commonly designated the ice and steam points. The interval between these two temperatures was assigned the same value as it has on the centigrade scale, 100 degrees. Thus the temperature of

absolute zero on the centigrade scale, or, conversely, the absolute temperature of the ice point, was left to be determined by experiment. Lord Kelvin noted the possibility of modifying the definition of the absolute scale of temperatures by assigning a definite value to the absolute temperature of the ice point and allowing the interval between ice and steam to be different from precisely 100 degrees. In fact Kelvin recommended that this new definition be adopted as soon as the thermodynamic temperature of the ice point had been determined with sufficient accuracy. In 1939 W. F. Giauque urged that Lord Kelvin's recommendation be adopted. Finally, in 1954, by international agreement, the triple point of water was assigned the temperature 273.16°K. The melting point of ice in equilibrium with air-saturated water is very nearly 0.010 degree lower, 273.15°K. The triple point was chosen in preference to the ice point because the former is an invariant temperature, characteristic of the pure substance and not requiring control of pressure or realization of a precise degree of contamination by dissolved air.

5.8. Constant-Volume Gas Thermometer. Figure 5.1 is a diagram of a relatively simple constant-volume helium gas thermometer which was used in calibrating a group of platinum resistance thermometers in the temperature interval 12° to 90°K [2]. The gas-thermometer bulb, a short cylinder

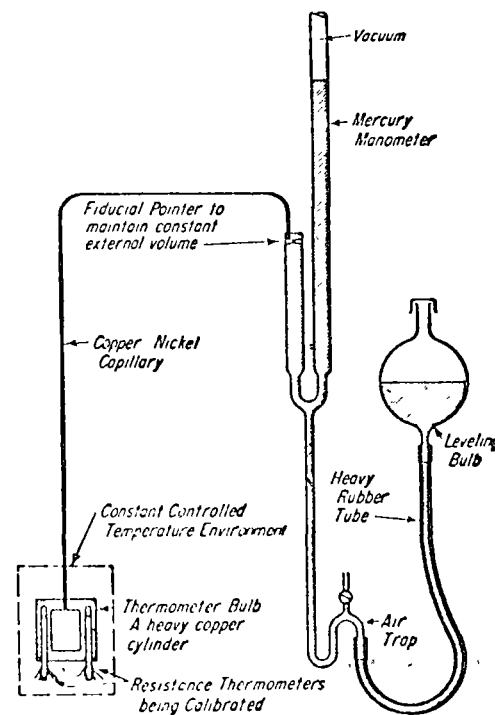


FIGURE 5.1. Simple constant-volume gas thermometer.

30/12

made of thick copper to promote uniformity and constancy of temperature, is connected by the poorly conducting copper-nickel alloy capillary to the mercury manometer which measures the pressure. Before a pressure measurement is made, the level of the mercury in the manometer is adjusted by means of the leveling bulb so that the apex of the mercury meniscus just touches the fiducial pointer on the pressure side of the manometer. In this way the external volume containing gas is kept at a constant, small value. The air trap below the manometer intercepts traces of air which might otherwise be carried with the mercury when it flows from the leveling bulb into the manometer. Diffusion of air through the rubber tube is prevented by making the dimensions of the glass parts of the manometer such that the pressure inside the rubber tube is always greater than atmospheric.

If the gas thermometer contains  $n$  moles of gas which, for the moment, we will assume perfect, and we further assume that the mass of gas in the manometer and connecting capillary can be neglected, the pressure registered by the thermometer will be given by the ideal gas law

$$p = \frac{nRT}{v} \quad (5.1)$$

where  $n$  is the number of moles of gas,  $R$  the universal gas constant,  $T$  the Kelvin temperature, and  $v$  the volume of the thermometer bulb. If, for bulb temperatures  $T_1$  and  $T_2$ , the corresponding pressures are determined to be  $p_1$  and  $p_2$ ,

$$\frac{T_2}{T_1} = \frac{p_2}{p_1} \quad (5.2)$$

Thus the gas thermometer determines ratios of absolute temperatures. If  $T_1$  is chosen to be the defined ice point, 273.15°K, Equation 5.2 gives  $T_2$ , the temperature being determined, on the new Kelvin scale.

Of course, the above analysis is greatly oversimplified. In order to obtain accurate results it is necessary to correct for (1) the imperfection of the gas, (2) the effect of "nuisance volume" or the volume of gas which is not at the temperature being measured, (3) the change of volume of the bulb with changing temperature, and (4) variations in the amount of gas adsorbed on the walls of the gas-thermometer bulb. Moreover, the necessity for accurate pressure measurement is in itself a formidable requirement. These considerations make precision gas thermometry an arduous and exacting occupation. It is beyond the scope of this book to deal with the refinements of gas thermometry. There are several articles on the subject in references [8] and [9].

Although using the gas thermometer as an accurate primary standard is a major undertaking, it is often very convenient as a secondary thermometer. The gas thermometer just described may be calibrated at a few known temperatures, obtaining a pressure-temperature relation from which intermediate temperatures can be determined. As a rule the pressure-temperature relation

obtained by calibration will deviate by only a small amount from the linear equation 5.2, so very widely separated calibration points are adequate. In some cases it is preferable to use a dial pressure gage rather than the manometer shown in Figure 5.1. This sacrifices some accuracy but makes the thermometer very convenient to read, comparable with a liquid-in-glass thermometer.

### 5.9. A Non-linear Gas Thermometer for Wide Temperature Ranges.

If a gas thermometer circuit includes a volume at room temperature which is large in comparison with the volume of the measuring bulb, the sensitivity of the thermometer will depend upon the temperature of the bulb so that the scale is compressed at high temperatures and magnified at low temperatures [10]. Consider the thermometer illustrated in Figure 5.2. When the temperature of the bulb B is high, most of the gas is in the auxiliary volume V, so that changing the temperature of B by a small amount has little effect on the pressure. However, when the temperature of B is very low, 15°K or below, most of the gas is in B, so that now the pressure in the system is almost proportional to the temperature of B. This device is obviously not very accurate. It is useful as a permanent installation in a helium liquefier to follow the initial cool-down and monitor the operation thereafter.

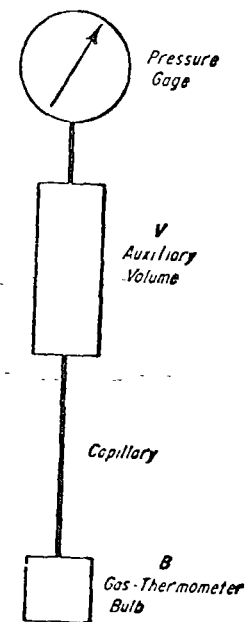


FIGURE 5.2. Non-linear gas thermometer for wide temperature ranges. Auxiliary volume, V, remaining at room temperature is about 10 times as large as gas-thermometer bulb, B.

### III. VAPOR-PRESSURE THERMOMETRY

5.10. A vapor-pressure thermometer consists of a bulb filled partly with a liquid or solid and partly with vapor in equilibrium with the condensed phase, connected by a pressure-transmitting line to a pressure-measuring instrument. With an adequate pressure-measuring device, the vapor-pressure thermometer is an excellent secondary standard, since its indications are determined by a physical property of a chemical element or compound. However, if any part of the pressure-transmitting line reaches a temperature below the temperature of the bulb, liquid will condense there and the pressure will tend towards the value corresponding to the lowest temperature in the system. Thus it is necessary to make sure that the measuring bulb is the coldest part.

The vapor-pressure thermometer illustrated in Figure 5.3 [11] [8] was used for calibrating thermocouples and platinum resistance thermometers in the region of the oxygen boiling point. The bulb of the vapor-pressure thermometer is a small cavity in a heavy cylindrical copper block. This block

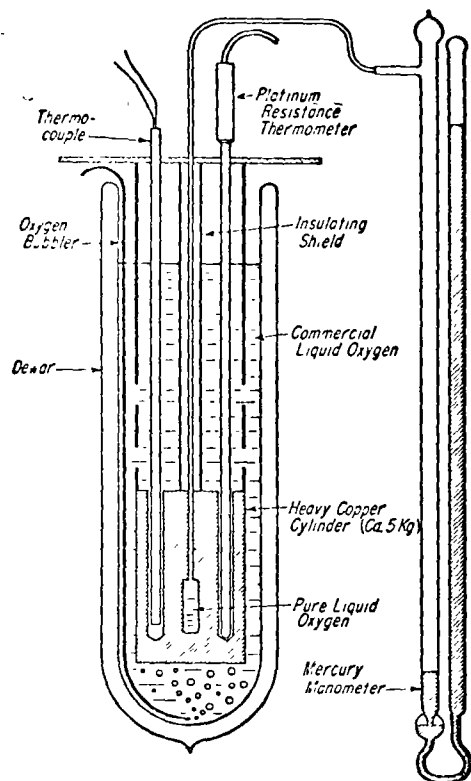


FIGURE 5.3. Oxygen vapor-pressure thermometer for calibrating working thermometers.

constitutes the region of uniform temperature enclosing the vapor-pressure bulb and the thermometers being calibrated. It will be noted that the vapor pressure of pure oxygen is being measured while commercial liquid oxygen is used to maintain the temperature. The oxygen bubbles prevent superheating of the bath.

A vapor-pressure thermometer can be used over the entire range of measurable vapor pressure of the material with which it is filled, but this is seldom done because of the extreme non-linearity of the pressure-temperature relationship. In the laboratory it is convenient to use a vapor-pressure thermometer with a mercury manometer and cover a pressure range from a few centimeters of mercury to about 76 centimeters. In other cases a different temperature range can be covered by operating at higher pressures, using a Bourdon gage to measure the pressure.

Table 5.2 shows the temperature ranges readily covered by some vapor-pressure thermometers commonly used at low temperatures. The corresponding sensitivities are also shown.

TABLE 5.2. CHARACTERISTICS OF SOME VAPOR-PRESSURE THERMOMETERS

Material	Pressure = 50 mm Hg		Pressure = 760 mm Hg	
	$T, ^\circ\text{K}$	$dP/dT$ (sensitivity), mm Hg/deg	$T, ^\circ\text{K}$	$dP/dT$ (sensitivity), mm Hg/deg
Carbon dioxide	166.3	5	194.6	62
Oxygen	70.4	10	90.19	80
Hydrogen	14.0	34	20.4	223
Helium	2.30	110	4.2	720

The vapor-pressure thermometer can be an extremely precise instrument; this is especially true when the lower-boiling elements are used. For example, at the boiling point of helium, the helium vapor-pressure thermometer has a sensitivity of 720 mm per degree and, with reasonable care, a mercury manometer can be trusted to 0.1 mm Hg; so such a thermometer can be made reproducible to about 0.0001 degree. By using a more sensitive manometer, e.g., a differential oil manometer, it is possible to detect changes in temperature of the order of  $10^{-5}$  degree.

For the most precise work with vapor-pressure thermometers it is necessary to take into account several small correction terms. Of course, precise manometry demands a temperature correction for the expansion of the mercury and the scale, meniscus corrections for the capillary depression of the mercury, and reduction to standard gravity. There is another correction that is sometimes significant—the pressure exerted by the column of pressure-transmitting gas.

Table 5.2 implies another limitation in the use of vapor-pressure thermometry—the fact that some temperature regions are inaccessible to this method because no material exists that has a useful vapor pressure in these temperature regions. For example, the region  $40^\circ$  to  $50^\circ\text{K}$  is above the critical temperature of neon, while oxygen and nitrogen have such low vapor pressures that accurate pressure determinations cannot be made. The use of vapor-pressure thermometers as working instruments is usually restricted to applications that require good sensitivity in a narrow temperature range.

There are a great many materials whose vapor pressures are suitable for low-temperature thermometry, but those most useful to cryogenic workers are carbon dioxide, oxygen, nitrogen, hydrogen, and helium, substances used to produce low temperatures. The vapor pressure-temperature relationships for the last four of these materials are given in Chapter 9.

Commercial solid carbon dioxide is very convenient to use to check a thermometer or make a calibration at or near the normal sublimation temperature. There is one important precaution regarding the use of solid  $\text{CO}_2$ ; that is,



make sure that the solid is in equilibrium with its own vapor. Solid  $\text{CO}_2$  rushed in the presence of air becomes colder because the air reduces the partial pressure of the  $\text{CO}_2$  in contact with the solid. The effect is the same as though the  $\text{CO}_2$  were in a partial vacuum. It was found [11] that the equilibrium could be restored by placing the powdered solid  $\text{CO}_2$  in a glass dewar jar and covering the top with a compact pad of cotton so that diffusion of air into the dewar was prevented while allowing the excess  $\text{CO}_2$  vapor to escape. After standing overnight, temperature equilibrium was established. Equilibrium could be reached in a few minutes by adding energy with a 25-watt electric heater in the bottom of the dewar. Without these precautions errors of several degrees are probable. There is evidence also that some commercial solid  $\text{CO}_2$  contains occluded air. The temperature of the solid  $\text{CO}_2$  is given by the following equation [12]:

$$\log_{10} P_{\text{mm Hg}} = 9.81137 - \frac{1349}{T}$$

where  $T$  is in degrees Kelvin. This equation is valid in the neighborhood of the normal sublimation temperature of  $\text{CO}_2$ ; if greatly different temperatures are produced (by pumping, for example), the necessary vapor pressure relations can be obtained from reference [12].

Although the oxygen vapor-pressure thermometer described earlier in this chapter was designed for calibrations at or near the normal boiling point of oxygen, it can, of course, be used to calibrate thermocouples and resistance thermometers over the entire usable range of vapor pressures. The principal reason that the oxygen vapor-pressure thermometer is rather elaborate is the fact that large quantities of liquid oxygen of sufficient purity for thermometry are not readily obtained. Therefore, it is necessary to prepare a small sample of pure oxygen and keep it sealed in the thermometer. On the other hand, when using helium, calibrations are made simply by immersing the thermometer in the liquid helium bath and measuring the pressure over the bath. As normally produced, helium is of a purity more than adequate for precise vapor-pressure thermometry, because the only impurity which could conceivably cause error is the very rare isotope, helium of atomic weight 3.

There is a troublesome phenomenon which is sometimes encountered in working with liquid helium. It is observed when a narrow tube, open at the cold end, communicates between a room-temperature region and one at the temperature of liquid helium. Under certain conditions spontaneous thermal-acoustical oscillations will occur in such a tube and the mean pressure at the warm end will be markedly higher than that at the cold end. The driving energy for the oscillations apparently comes from transfer of heat from the warm to the cold part of the tube. In some cases this transfer is so vigorous that liquid helium is rapidly evaporated. Clement and Gaffney of the Naval

Research Laboratory have investigated the phenomenon [13] and discovered that the oscillations can be suppressed by surrounding the tube by an insulating vacuum space. While a simple  $\frac{1}{8}$ -inch thin-wall, poorly conducting tube oscillated badly, it could not be made to oscillate when it was surrounded by a vacuum space enclosed by a  $\frac{3}{8}$ -inch tube. Tubes closed at the cold end could not be made to oscillate. A tube open at the warm end would not oscillate unless its diameter was less than 1 mm. Some workers have inserted knotted thread into capillary tubes to damp out the oscillations. Oscillations of this kind have also been observed when using liquid hydrogen.

When using a bath of liquid hydrogen to maintain a definite, known temperature it is very important to take into consideration the ortho-para composition if accuracy better than 0.1 degree is required. Equilibrium liquid hydrogen (99.8 percent parahydrogen) is greatly to be preferred for this work because its vapor pressure is known and its composition does not change with time. Some hydrogen liquefiers are equipped to produce parahydrogen, but as a rule the designer of a converter to produce liquid parahydrogen in a liquefier is satisfied with a composition somewhat less than the equilibrium concentration. Thus, one should use a catalyst in the temperature measuring bath to assure complete conversion. Hydrous ferric oxide [14] [15] has proved to be a very effective catalyst. It is suggested that 50 grams of the hydrous ferric oxide be placed in a 1- or 2-liter bath of liquid hydrogen, disposed so that the liquid hydrogen will circulate through the catalyst by convection. The heat of conversion will promote convection. If the liquid hydrogen originally has a low para concentration, a large fraction will be evaporated by the conversion. Another method of realizing vapor pressures of parahydrogen (practically indistinguishable from equilibrium  $\text{H}_2$  at 20°K) is to use a vapor-pressure thermometer with a small amount of catalyst in the bulb where the liquid condenses. A typical vapor-pressure thermometer would have about  $\frac{1}{2}$  cm<sup>3</sup> of catalyst in the bulb and enough liquid to cover the catalyst.

Because impurities which normally occur in electrolytic hydrogen do not affect the vapor pressure, there is no need to have a sealed vapor-pressure thermometer like that described for oxygen. A convenient method is to arrange to evacuate the thermometer and then introduce electrolytic hydrogen with a mercury displacement pump. Of course, contamination by helium should be carefully avoided when using hydrogen for vapor-pressure thermometry.

#### IV. THERMOELECTRIC THERMOMETRY

5.11. Two dissimilar wires, connected to each other at one end, constitute a thermocouple. A difference of temperature between the joined and unjoined ends of this pair of wires results in a difference of electrical potential between the unjoined ends. The potential difference can be a measure of temperature.

From this very brief description a number of favorable characteristics of thermocouples are immediately evident. They are simple, usually inexpensive, are easily installed in complex apparatus, can have low heat capacity, can respond quickly to temperature changes, and can be read at a convenient location.

There are, however, some other characteristics that present distinct difficulties. In the first place the emf produced is quite small, so that sensitive (and therefore expensive) equipment is required to measure it. The sensitivity of a thermocouple is expressed as the thermoelectric power of the combination of metals, and is defined as the change in emf produced by a unit change in temperature of the working junction. The sensitivity of the copper-constantan thermocouple, commonly used at low temperatures, is about 40 microvolts per degree at room temperature, 17 microvolts per degree at 90°K (oxygen boiling point), and 5 microvolts per degree at 20°K (hydrogen boiling point). (The thermoelectric power of all thermocouples approaches zero at absolute zero.) This considerable change in sensitivity is another undesirable quality. A less objectionable disadvantage is the requirement of a known reference temperature. The reference ends of the wire must be kept at an accurately known temperature. This is usually done by providing an ice bath to keep the ends of the wires at 0°C and completing the circuit to the measuring instruments with copper wires. When measuring very low temperatures it is often preferable to utilize a low-temperature reference such as that of liquid nitrogen or liquid hydrogen boiling at a known pressure. This technique will very often greatly improve the absolute accuracy of a thermocouple because it avoids the traverse of large temperature gradients by the thermocouple wires.

In spite of these shortcomings, copper-constantan thermocouples, made of carefully selected wire, have been used as laboratory standards. W. F. Giaque et al, [16] at the University of California calibrated a number of copper-constantan thermocouples with a gas thermometer as their primary standard, and used the thermocouples as secondary standards in the excellent work in low-temperature calorimetry, at temperatures as low as 12°K.

5.12. Quality of Thermocouples. Since a number of other combinations of metals exhibit much larger thermoelectric powers, the question naturally arises as to why copper-constantan thermocouples are so popular. The answer to this question emphasizes another ill that all thermocouples are heir to: inhomogeneities. The wires of which a thermocouple is made are not completely homogeneous, slight differences in chemical or phase composition, changes in crystal structure, mechanical strain, work-hardening and possibly other causes contribute to the inhomogeneities. These inhomogeneities behave like local thermocouples in series, parallel or series-parallel combinations with the main thermocouple, and if they occur where there is a temperature gradient in the wire, they produce parasitic emf's which change when

the temperature gradient changes and may introduce a serious error into the reading of the thermocouple. Most copper wire and some carefully selected constantan wire suffer less from such defects than do other potential thermocouple materials. Some of the high-thermoelectric-power combinations are very bad actors. Even when using selected copper and constantan it is unusual to find a thermocouple which is free from this defect to better than 1 or 2 microvolts in 5000 (an emf corresponding to measuring a temperature of about 90°K with reference junctions in ice), so such a couple cannot be trusted for this measurement to better than about 0.1 degree.

5.13. Effects of Intermediate Metals. It was mentioned in the last paragraph that inhomogeneities give rise to spurious emf's when there is a temperature gradient in the region of the inhomogeneities. This brings up a principle of thermocouples and thermocouple circuits that should be well understood in order to maintain correct techniques. Consider Figure 5.4.

Figure 5.4A shows the ordinary thermocouple circuit that we have been discussing. L and M are two different metals joined at  $J_1$  and connected to the instrument E which will measure the emf. The junction  $J_1$  is in a region of uniform temperature  $T_1$ . The instrument and connections to the thermocouple are at a uniform temperature  $T_2$ . The emf registered in this case will depend only on the temperatures  $T_1$  and  $T_2$ . Now consider Figure 5.4B. A piece of the metal M has been replaced by a third metal N, forming a new junction  $J_2$ . Notice, however, that  $J_2$  is still in the region of uniform temperature  $T_1$ . Arrangement 5.4B will register the same emf as arrangement

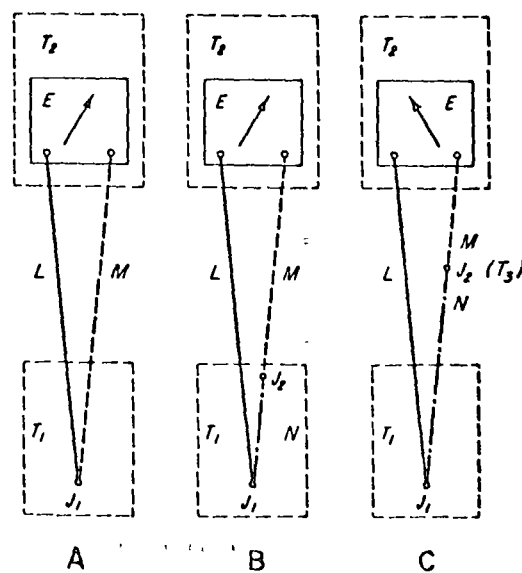


FIGURE 5.4. Effect of intermediate metals in a thermocouple circuit.

5.14. No difference of potential is introduced by an intermediate metal if the intermediate metal is in a constant temperature region. Finally consider Figure 5.4C. The same metal X has been introduced, but part of X lies in the region of changing temperature between  $T_1$  and  $T_2$  and the junction  $J_2$  is now at an intermediate temperature  $T_3$ . In this case the emf registered will not be the same as in cases A and B; the intermediate metal present in a temperature gradient introduces an additional emf. This principle applies to all parts of the thermocouple circuits and to any electrical circuit in which small potentials are significant. It is best to maintain an all-copper circuit, but if another metal must be introduced, for example a soldered joint, one should be careful to avoid the possibility of a temperature difference across the joint. A solder with the same thermoelectric power as copper is now on the market. It should be useful in connecting thermocouple leads.

Thermocouple junctions are usually made by welding, silver solder or tin-lead solder. From the foregoing discussion it is obvious that all that is required is a good electrical connection; *the metal or method used in making the junction can have no effect on the emf of the thermocouple*, since the junction lies in a region of uniform temperature. Careful handling of the thermocouple wires to avoid strains, work-hardening, irregular annealing, etc., is very necessary in the parts which traverse temperature gradients; but at or near the junctions, where the temperature will always be uniform, no special precautions are required, only a good electrical connection, insulation from nearby emf's, and the avoidance of galvanic effects which can be caused by moisture.

5.14. Multiple-Junction Thermocouples. There is a way to improve two of the weaker points of thermocouples at the sacrifice of some of the simplicity and convenience; that is to connect a number of thermocouples in series as shown in Figure 5.5. This arrangement is sometimes called a thermopile, but White [17] coined the useful name "Thermel," a contraction

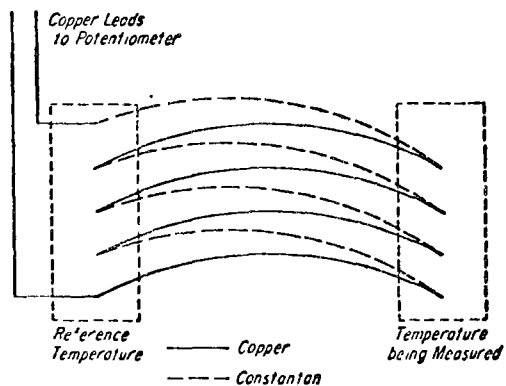


Figure 5.5. Multiple-junction thermel.

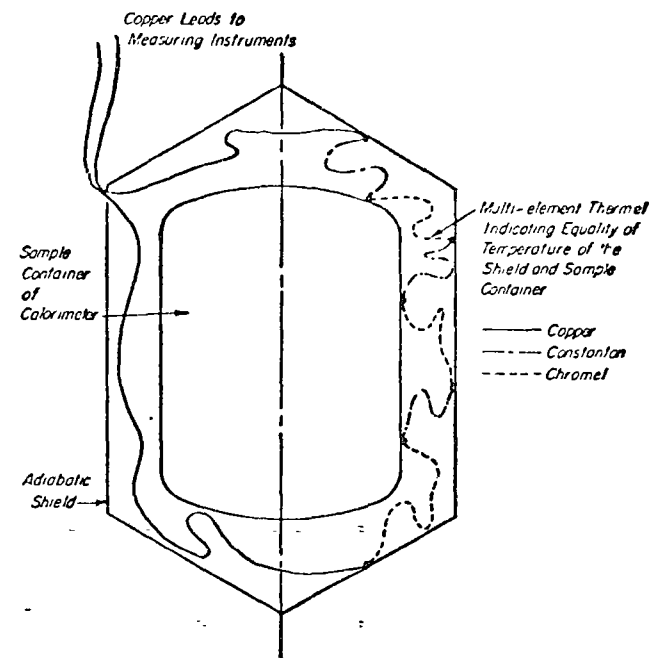


FIGURE 5.6. Difference thermel in an adiabatic calorimeter.

of thermoelectric thermometer. This term can be used for either a thermocouple or multiple-element system.

It is apparent that a  $2n$ -element thermel produces  $n$  times the emf of a simple thermocouple. Moreover, since the emf's due to inhomogeneities in the leads of the various elements are just as likely to cancel each other as to add, the probable resultant emf error from this cause is only  $\sqrt{n}$  times as large as with a simple thermocouple. Hence the temperature error from this cause will be reduced by the factor  $1/\sqrt{n}$ .

5.15 Difference Thermocouples. There is one application in which thermocouples are unexcelled; that is the measurement of small differences of temperature under circumstances that avoid substantial temperature gradients in the thermocouple. An example of such an application is the thermel in an adiabatic calorimeter (Figure 5.6) with one set of junctions on the radiation shield and the other set attached to the sample container. Such an arrangement will reliably indicate temperature differences as small as 0.01 degree. In this application the objective is to keep the two surfaces at the same temperature to prevent transfer of heat. The indications of the difference thermel can be used to actuate a servomechanism which will adjust the temperature of one surface. Such a difference thermel is relatively free from the spurious emf's caused by inhomogeneities, because the thermocouple wires traverse a

79/54

region between the two surfaces that is nearly of uniform temperature. The leads which pass through a temperature gradient to the measuring instrument can be made of copper which is relatively free from inhomogeneities that give rise to emf's. It will be noted that the distribution of junctions shown in Figure 5.6 causes the thermel to respond to an average temperature difference rather than the temperature difference between two specific points.

**5.16. Thermocouple Materials.** As previously mentioned, copper-constantan thermocouples are more often used at low temperature than are couples of other metals, because of their relatively good homogeneity. For some work other combinations are preferable. Copper is a good thermal conductor and in apparatus concerned with heat measurements it is well to avoid good thermal paths through copper thermoelements. Chromel-P® versus constantan makes a couple having a somewhat higher thermoelectric power than copper-constantan, and both metals are alloys of low thermal conductivity. Such a combination of metals is very satisfactory as a difference instrument. Thus for the calorimeter illustrated in Figure 5.6, Chromel-P® and constantan were used as the thermel elements.

For use at very low temperatures there is an alloy developed by the Leiden Laboratory that has a much higher thermoelectric power than the couples mentioned. This alloy consists of gold with an admixture of 2.11 atomic percent cobalt. The other thermocouple element can be copper; but to keep thermal conductivity low it is better to use an alloy of silver with a small amount of gold. This thermocouple has a thermoelectric power of about 16 microvolts per degree at 20°K, and in the range 0 to 20°K its thermoelectric power is approximately proportional to the temperature. Some of this wire was found to have inhomogeneities which resulted in spurious emf's as large as  $\frac{1}{500}$  or the total emf of the couple. There is evidence that the gold-cobalt alloy is not strictly stable and that excess heating will change its thermoelectric power. Experiments are now in progress at the NBS Cryogenic Engineering Laboratory to study the stability and if possible improve it. Even though this thermocouple has larger spurious emf's than do the best copper-constantan thermocouples, there are applications where the larger thermoelectric power more than compensates for the disadvantage. Suppose we wish to measure a temperature difference of about 10 degrees, from 20°K to 30°K, for example, the difference in temperature between the ends of a thermal-conductivity specimen. A (Au + Co) vs. (Ag + Au) difference thermocouple will develop about 200 microvolts under these conditions. The error due to inhomogeneities in the thermocouple will be about  $200 \times \frac{1}{500}$  or 0.4  $\mu\text{v}$ . The copper leads to the measuring equipment may add 1  $\mu\text{v}$ , so the total error may be 1.4  $\mu\text{v}$  or 0.07 degree.

A copper-constantan difference thermocouple under the same conditions will develop about 65  $\mu\text{v}$  and have a total error of about 1 part in 2000 for the difference measurement plus about 1  $\mu\text{v}$  for inhomogeneities in the leads.

This corresponds to about 0.16 degree. Thus for this application the gold-cobalt thermocouple is superior. For smaller temperature differences the high-power thermocouple is even more favored. This reasoning can be applied to other thermocouple applications. It is admittedly crude, but should indicate a preference if there is much difference between the two systems under consideration.

**5.17. Measuring Equipment for Thermocouples.** It was stated earlier that the measuring equipment for thermocouples is rather expensive. As is usually the case, the expense is a function of the quality. The equipment consists of a potentiometer, standard cell, galvanometer, and ice bath for reference junctions. For high-precision work, where it is desired to get the ultimate accuracy from the best thermocouple obtainable, the potentiometer will cost in the neighborhood of \$2000, the galvanometer about \$150 or if we use the more modern chopper-type DC amplifier instead of a D'Arsonval galvanometer we may pay \$800. An unsaturated Weston standard cell costing about \$70 is satisfactory if frequently calibrated. This equipment is designed for high over-all accuracy and its ultimate capabilities are realized only when spurious thermal emf's are kept to a minimum.

Of intermediate quality, but quite adequate for a great proportion of thermocouple work, is a potentiometer exemplified by the Leeds & Northrup, Type K, and the Rubicon, Type B. These are capable of an accuracy of 1 or 2  $\mu\text{v}$  if properly manipulated. In this connection it may be well to mention a technique that will greatly reduce errors caused by spurious thermal emf's in the measuring equipment. This technique consists of substituting for the thermocouple a thermal-emf-free resistor of the same resistance as the thermocouple. The emf indicated by the potentiometer when the substitution is made is subtracted (algebraically) from the thermocouple reading made just before or after the substitution. Care must be taken that the contacts made and broken during the substitution do not themselves introduce an emf. This check should be made rather frequently because "thermals" in a circuit change with time. Some potentiometers are equipped with a "zero adjuster," a potential divider that introduces a small compensating emf which cancels spurious emf's in the circuit. The zero setting is made by substituting a shorting link for the emf being measured.

There are less expensive potentiometers that are adequate for some work; these are usually self-contained units with a built-in galvanometer, such as are used with pyrometer-thermocouples; also quite accurate and sensitive portable instruments with built-in galvanometers are now available. Sometimes it is useful simply to connect the thermocouple to a millivoltmeter.

Another type of measuring equipment now widely used is the potentiometer-recorder. These are potentiometers equipped with servomechanisms which may select each of several different thermocouples in succession, determine the emf, and print a time record of the emf of each couple. They are available in

my ranges and are self-contained, needing only a standard 115-volt 60-cycle AC power source and connections to the thermocouples. Of course the same principles apply in obtaining the best results from this automatic gear, rejection of spurious emf's, etc.

5.18. The Installation of Thermocouples. Since the thermocouple is a simple device, there is a tendency to assume that it will indicate the desired temperature whenever it is inserted into the region whose temperature is required. Such a technique is very likely to be disappointing; heat flowing along the thermocouple wires will influence the temperature of the junction. This brings up a principle, particularly pertinent to thermocouples but applicable in greater or less degree to all temperature measurements: *A thermometer always indicates a temperature intermediate between that of the region being investigated and any other environment with which the thermometer has thermal communication.* A well-known example of this is a catheter thermometer placed in the sunshine; it registers a temperature intermediate between that of the surrounding air and that of the sun (fortunately somewhat nearer the air temperature). It is the responsibility of the investigator to make sure that the sensitive element of the thermometer assumes a temperature sufficiently close to that of the object or region whose temperature is being determined. When using a thermocouple this can sometimes be accomplished by soldering the thermojunction to the metal surface whose temperature is being measured. This procedure cannot always be absolutely depended on, however, because if the surface is of thin, poorly conducting metal, heat conduction along the thermocouple wires can still warm or cool the junction.

Another method, widely used, is to temper the thermocouple wires by bringing them approximately to the desired temperature at a little distance from the junction. This is frequently accomplished by winding a substantial length of the thermocouple wires on the surface to be measured. For example, when measuring the temperature of a pipe, the thermocouple junction is fastened in good thermal contact with the pipe and a foot or two of the wires are wound around the pipe near the spot whose temperature is being measured. As a rule it is unwise to solder thermal junctions to grounded surfaces because this increases danger that electrical leakage may spoil the readings. If thin electrical insulating material is used it is possible to achieve good thermal contact and still have the junction electrically insulated. Thin mica is very good.

It is particularly difficult to achieve good thermal contact between a thermocouple junction and a surface that is in a vacuum. In this case it is usually necessary to use a varnish or cement to improve the thermal contact with the insulated wires because there is no gas to carry heat. In the calorimeter illustrated in Figure 5.6, No. 32 AWG single-silk-enamel insulated copper wires entered the apparatus at room temperature and after an intercyen-

ing length of about 100 cm in vacuum they were cemented with Glyptal<sup>®</sup> lacquer to a metal surface at the temperature of liquid hydrogen. It was found that a 15-cm length of wire, wound tightly in a single layer and cemented to the surface, did not approach within 1 degree of the temperature of the surface. In the final assembly about 30 cm of the wires were applied in this way and it was estimated that they reached a temperature less than  $\frac{1}{2}$  degree above that of the metal surface.

Another difficult subject for temperature measurements is a liquefier. The performance of a Joule-Thomson liquefier depends upon temperature differences between the high- and low-pressure streams at the warm ends of the heat exchangers; therefore the measurement of such differences is very important in evaluating the performance of a liquefier. A thermojunction can be brought to the temperature of the low-pressure gas by soldering the fine-gauge thermocouple to a copper vane of 5 or 10 cm<sup>2</sup> area and placing this so that the gas passes over it. One method of measuring the temperature of the high-pressure stream is to fasten a thermojunction of fine wires, ca. AWG #30, to the outside of the tube carrying the gas. If this is done, extra care must be taken to provide adequate tempering of the thermocouple wires by winding a substantial length on the tube being measured and covering this area with insulation to protect these wires and the junction from the low-pressure gas flowing in countercurrent over the outside of the high-pressure tube. Otherwise the flowing low-pressure gas would strongly influence the temperature of the junction. Sometimes the thermocouple is inserted into a well extending inside the high-pressure tube. This is a good technique provided good contact is made with the thermal junction and sufficient length of wire is provided for adequate tempering. Fine wires having small heat conduction should always be used. The heavy wires normally used for pyrometers are quite unsuitable.

5.19. Spurious EMF's. Before leaving the subject of thermocouples it may be well to emphasize again the need to avoid sources of spurious emf's. In the earlier discussion spurious thermal emf's were the main consideration. They can be reduced by careful design, and by avoidance wherever possible of connections of dissimilar metals, or where such connections cannot be avoided, by enclosing the connections in a region of uniform temperature. It should be pointed out that the resistance wire used for potentiometers is usually manganin, an alloy of copper, manganese, and nickel. This has a thermal emf against copper of about 1  $\mu$ v per degree, a value that is quite small but certainly cannot always be neglected. Large temperature differences in different parts of the potentiometer can easily give rise to serious errors from this source.

At the risk of dwelling on the obvious, it may be worthwhile to point out another source of error that can be very serious in thermocouple work. That is electrical leakage. A nearby DC circuit, if not carefully isolated from the

thermocouple circuit, can play havoc because the voltages and currents being handled in the thermocouple circuit are so small. Although DC is obviously more likely to cause trouble than AC, the latter source of error should not be dismissed. There may be present accidental rectifiers; in fact, the high-resistance electrical leak may itself be a partial rectifier. Sometimes the leakage responsible for error is in the potentiometer itself. A large error was once found to be caused by conducting dust which had accumulated on the terminal panel of a potentiometer and resulted in leakage from the energizing storage battery (6 volts) into the thermocouple-galvanometer circuit.

**5.20. Thermocouple Tables.** For thermocouple materials in common use it is customary to construct a temperature-emf table by calibrating a representative couple (for example, copper-constantan) at many temperatures properly distributed over the desired temperature range. By a combination of analytical and graphical methods a "best fit" smooth table is prepared. Such a table may not accurately represent the emf of another thermocouple made of materials having the same nominal composition, but, by calibrating the new couple at very few temperatures the deviations from the table can be determined quite accurately. Then the standard table, together with the deviation curve, constitutes a very satisfactory calibration. Thus the laborious task of calibrating at many different temperatures needs to be done only once for a pair of thermocouple elements of nominal composition. With reasonable process control the manufacturer can reproduce the compositions and the temperature-emf characteristics closely enough that deviations from the standard table will be small. It may be worth mentioning that the deviation curve is often nearly a straight line, if the deviations in emf are plotted as ordinate against the emf of the table as abscissa. Tables of the emf's of several metals frequently used for low-temperature work are given in Chapter 10.

## V. RESISTANCE THERMOMETRY

**5.21. Pure Metals.** The resistivity of a pure metal near room temperature is approximately proportional to its absolute temperature. This property is made use of in a very successful temperature measuring instrument, the *resistance thermometer*. The best-known, most reliable resistance thermometer is the standard, strain-free platinum resistance thermometer through which temperatures on the International Temperature Scale are realized in the range  $-183^{\circ}$  to  $630^{\circ}\text{C}$ . Even at lower temperatures, the platinum resistance thermometer has served as a very satisfactory standard [2].

Some of the more general characteristics of resistance thermometers of pure metals can be seen by reference to the graph, Figure 5.7. At room temperature the resistance-temperature curve is very slightly concave downward and has a slope which would intersect the temperature axis at a positive absolute temper-

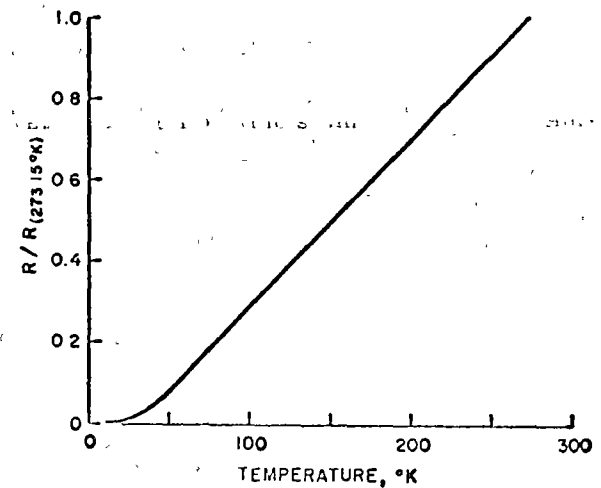


FIGURE 5.7. Resistance of platinum as a function of temperature.

ature. That is, if the resistance-temperature relation maintained this slope the resistance would vanish at a finite temperature. It is seen, however, that the curve exhibits an inflection point and the resistance actually approaches a small finite value at the lowest temperature.

It is obvious that where the resistance is constant (temperature coefficient zero) the metal is not useful as a resistance thermometer. At  $20^{\circ}\text{K}$  the temperature coefficient of resistance of platinum is only about  $\frac{1}{3}$  its room-temperature value. Some metals maintain a high temperature coefficient of resistivity to lower temperatures. The soft metals, those with low Debye characteristic temperatures, are best in this respect. Lead is quite good, but suffers from some other disadvantages. Lead anneals and flows at room temperature; therefore it is apt to change resistance upon standing. Moreover lead becomes superconducting at  $7.2^{\circ}\text{K}$ , so this is the lower limit of its usefulness. White and Woods [18] constructed thermometers of indium which had good sensitivity over the range  $4^{\circ}$  to  $300^{\circ}\text{K}$ .

Mechanical strain causes the resistance of a metal to increase; therefore it is important to mount the wire of which a resistance thermometer is made in a way to avoid strain. In particular, expansion and contraction of the mounting, when the temperature is changed, should not strain the wire. A fairly good design is to wind the wire upon a support made of the same material; copper wire on a copper spool, or platinum wire on a platinum spool. This method has had some success, but the best method so far discovered is that used in constructing standard platinum resistance thermometers. In these instruments the platinum wire (about 0.1 mm diameter) is wound in notches cut in a mica cross. After winding, the assembly is carefully af-

annealed, with the result that the wires are supported with a minimum of mechanical constraint; the annealing has relieved residual strains and the stresses encountered in use are only those sufficient to support the wire.

Figure 5.8 shows a design of a strain-free platinum resistance thermometer particularly suitable for use at low temperatures [19], [20]. This consists of a fine helix of platinum wire wound on a mica cross. The cross is housed in a platinum tube which is capped with a soft glass seal through which the platinum thermometer leads emerge. The thermometer is filled with helium at a pressure of 3 or 4 cm Hg at room temperature.

Resistance thermometers of nickel wire and of copper wire have had some use at low temperature. For example, a copper resistance thermometer was used as the sensitive element of a thermostat at NBS to control the temperature of a bath surrounding a gas flow-calorimeter [21]. This arrangement could be trusted to maintain a temperature constant to 0.01 degree. This thermometer was not used to determine a temperature, but only to indicate a change in temperature. The thermometer was made by winding about 140 ohms of No. 37 AWG insulated copper wire on a brass tube (single layer) and coating with glyptal lacquer. Apparently the coefficients of expansion of copper and brass are so nearly equal that no undue strain resulted. It seems that some care must be exercised in the construction of such resistance thermometers, because some commercial thermometers with copper resistors submitted to NBS for calibration were found to drift in resistance at liquid-oxygen temperature to such an extent that they were useless. The internal construction was not determined, but it seems likely that mechanical strain, caused by differential contraction, was responsible for the unsatisfactory behavior.

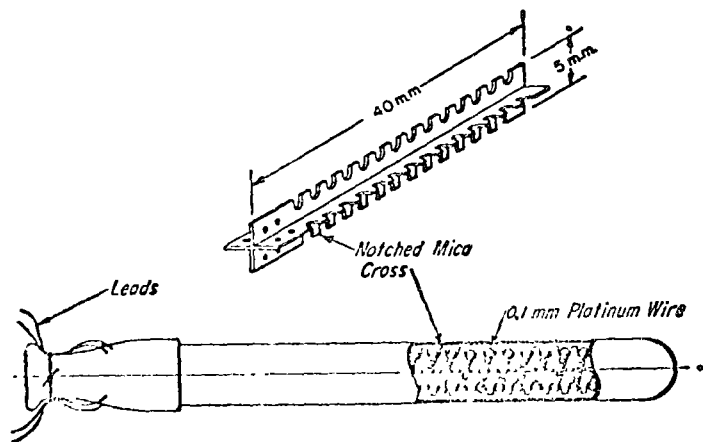


FIGURE 5.8. Capsule-type, strain-free platinum resistance thermometer. The 0.1mm wire is first coiled into a helix of 0.5 mm O.D. and then the helix is wound bifilarly on the notched mica cross.

5.22. Effect of Impurities. A small impurity increases the resistance of a metal by an amount that is almost independent of the temperature. It acts almost as though a temperature-independent resistance were placed in series. Thus the resistance-temperature curve of a thermometer made of an alloy of platinum plus 10 percent rhodium was found to be nearly parallel to that of a pure platinum thermometer of the same dimensions but displaced to considerably higher values of resistance. Many alloys have resistance that is almost independent of temperature; for example, the resistance of constantan at liquid-helium temperature is only about 5 percent lower than the room-temperature value. As a rule, the purer the metal the more sensitive the thermometer. This is particularly true if we define sensitivity as  $(1/R) (dR/dT)$ . According to this definition of sensitivity, a platinum resistance thermometer has a higher sensitivity at 20°K than at room temperature in spite of the fact that the value of  $dR/dT$  is much smaller. A platinum thermometer of 25 ohms at room temperature has a resistance less than 0.2 ohm at 20°K. In such a case the definition  $(1/R) (dR/dT)$  for sensitivity is not truly practical; because most measuring equipment is not suited for measuring the very low resistances with high fractional precision. A more realistic expression for sensitivity of a particular thermometer and its associated measuring circuit would probably lie somewhere between  $(1/R) (dR/dT)$  and  $1/R_0 dR/dT$ , where  $R_0$  is the resistance at the ice-point. By providing equipment particularly suited to the precise measurement of very low resistance it is possible to extend the useful low-temperature limit of the platinum resistance thermometer.

Van Dijk of the University of Leiden (Netherlands) has used platinum thermometers at temperatures as low as 4.2°K. Of course, in theory one could construct a platinum thermometer having a resistance of many thousands of ohms at room temperature, so that its low-temperature resistance would be suitable for measurement by instruments commonly used. However, practical difficulties of size are apt to be encountered.

Although, as a rule, alloys are to be avoided when choosing a material for a resistance thermometer, constantan, an alloy of about 10 percent nickel and 60 percent copper, has been used as a thermometer in the region 2° to 20°K. It has a fairly uniform temperature coefficient of approximately 0.001 per degree in this temperature range.

5.23. Semiconducting Resistance Thermometers. A number of materials of the class known as semiconductors have useful thermometric properties. A semiconductor may be defined as a material whose electrical conductivity is much less than that of a metallic conductor but much greater than that of a typical insulator. Certain types of semiconducting resistance thermometers, made of metallic oxides and known as Thermistors<sup>®</sup> are now readily available as commercial items. The properties of Thermistors<sup>®</sup> have been described by Becker, Green, and Pearson [22].



Elemental semiconductors which are good thermometers down to very low temperatures include germanium, silicon, and carbon. Germanium and silicon, when very pure, have resistivities too high to be useful at the lower temperatures. Small amounts of impurity are required to provide electronic carriers. For example, germanium with about 0.0005 atomic percent indium was found to be a good thermometer below 20°K. Figure 5.9 shows the resistance-temperature relations of two semiconductors as contrasted with those of two pure metals.

Of all the semiconductors so far investigated, germanium (with an appropriate impurity) seems to offer the most promise as a low-temperature thermometer, not only because it can have high sensitivity but because recent investigations show that germanium thermometers can have very good reproducibility. Friedburg [9] has made a systematic investigation of a germanium alloy containing nominally 0.001 atomic percent indium. Small homogeneous specimens with slightly different impurity concentration were obtained from different levels of a polycrystalline ingot. Those having room-temperature resistivities of about 0.08 ohm cm were found to have useful tem-

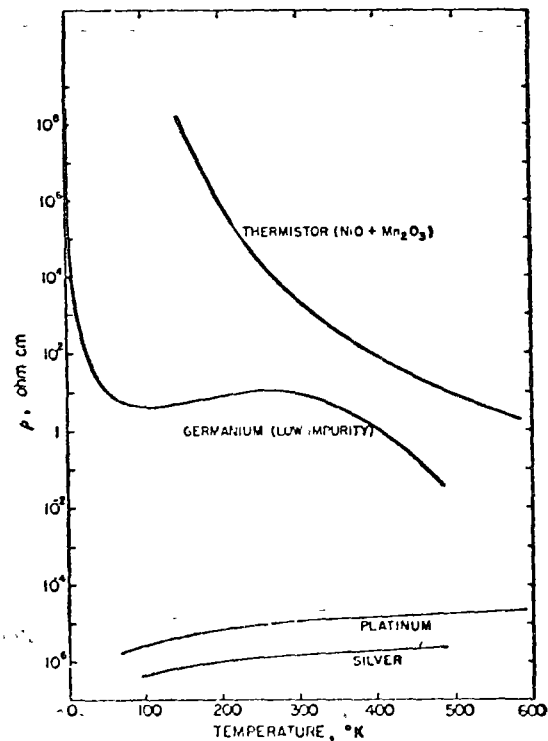


FIGURE 5.9. Comparison of temperature-resistance behavior of semiconductor and pure metals.

perature coefficients of resistance between 1.6° and 4.2°K. Thermometers were constructed of such strips (10 × 3 × 1 mm) by attaching current and potential leads with a tin-indium alloy solder. Temperatures determined with all the thermometers were found to be reproducible to 0.001 degree in the range 1.6° to 4.2°K when the thermometer was not warmed to higher temperatures between measurements. Several of the thermometers were equally reproducible after repeated cycling between liquid helium and room temperature. Kunzler, Geballe, and Hull [23] report excellent low-temperature characteristics of thermometers cut from a single crystal of arsenic-doped germanium. The thermometers were protected by mounting them in platinum capsules. They had good sensitivity between 2° and 35°K. Most important was their stability upon repeated cycling between room temperature and liquid helium temperature. The authors report that the data obtained support the tentative conclusion that the reproducibility is of the order of 10<sup>-4</sup>°K at the boiling point of helium.

The principal objections to germanium semiconductors as thermometers are (1) the limited availability of suitable material and (2) the lack of a simple mathematical expression for the resistance-temperature relation. Obviously neither of these objections would be likely to withstand a concerted effort to develop germanium thermometers and determine their temperature-resistance relation.

Up to the present time carbon has been the most widely used semiconducting material for thermometry below 20°K. Giauque, Stout, and Clark [24] and Van Dijk, Keesom, and Steller [25] used stripes of carbon ink on porous paper. Fairbank and Lane [26] used commercially prepared carbon resistance strips.

Clement and Quinell [27] measured the low-temperature characteristics of commercial carbon radio resistors and developed a very useful semi-empirical equation relating resistance and temperature. Although they made no attempt to try samples of resistors from all manufacturers, they found that the 1-watt size manufactured by the Allen Bradley Company was suitable for their work. Resistors supplied by other manufacturers may be just as good or better. More measurements should be made and correlated with the methods of manufacture to determine the optimum carbon resistor for the application. Clement and Quinell used resistors of nominal values of 10 ohms to 270 ohms. The equation fitting their data in the range 2° to 20°K is

$$\log R + K/\log R = A + B/T$$

where  $R$  is the resistance at the temperature  $T$ , and  $K$ ,  $A$ , and  $B$  are experimentally determined constants. Temperatures calculated from this equation were found to be within 0.5 percent of the measured temperature between 2° and 20°K for eight different resistor samples.

Although carbon resistance thermometers are readily obtained and are quite



useful for many applications, they are not as stable as the germanium just discussed. Accordingly it now appears that germanium is the favored candidate for precision resistance thermometry at very low temperatures.

5.24. Superconducting Thermometers. In some special applications it is useful to employ a superconductor in its transition range as a resistance thermometer. A typical polycrystalline superconductor has a transition curve like that shown in Figure 5.10. It is apparent that, in the very small temperature interval occupied by the transition, a superconductor is an extremely sensitive resistance thermometer. A very interesting application of this circumstance is the superconducting bolometer [28] [29] [30]. The principle of this device is illustrated in Figure 5.11.

A piece of superconducting material is mounted on a surface kept at the temperature of the midpoint of the superconducting transition. A constant direct current flows through the superconductor. Radiation passing through the window warms the superconductor. By interposing the rotating slotted wheel this radiation is interrupted at a definite frequency so the temperature of the superconductor will oscillate at the same frequency. The temperature oscillations in turn produce voltage oscillations across the superconductor and consequently energize the primary of the high-ratio transformer.

The secondary of this transformer feeds the input of a narrow-band-pass amplifier tuned to the proper frequency. Andrews et al. employed niobium nitride as the superconducting element because of its high transition temperature which permitted the use of liquid hydrogen as the refrigerant.

Another thermometer which utilizes the phenomenon of superconductivity is the leaded phosphor-bronze thermometer [31]. This alloy consists of a dispersion of lead or lead-bismuth alloy about 0.1 percent by weight in phosphor bronze. When this material is properly compounded and drawn into fine wire, it is found that it is quite temperature-sensitive in the region below 72°K, the superconducting transition of lead. It appears that under the intense mechanical strains introduced by drawing the wire, the finely divided islands or filaments of lead, or lead-bismuth alloy, become superconducting progressively over a large temperature range. Such thermometers have been used from 1° to 7°K.

5.25. Measuring Equipment for Resistance Thermometers. For accurate work either of two types of measuring equipment can be used: the Wheatstone bridge or the potentiometer and standard resistor. The bridge method

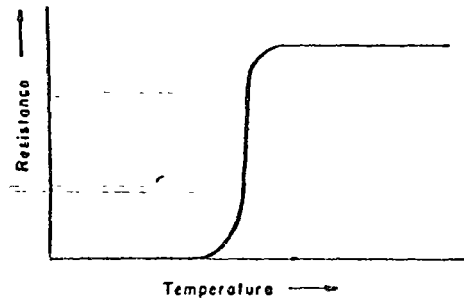


FIGURE 5.10. Resistance-temperature transition curve of a typical polycrystalline superconductor.

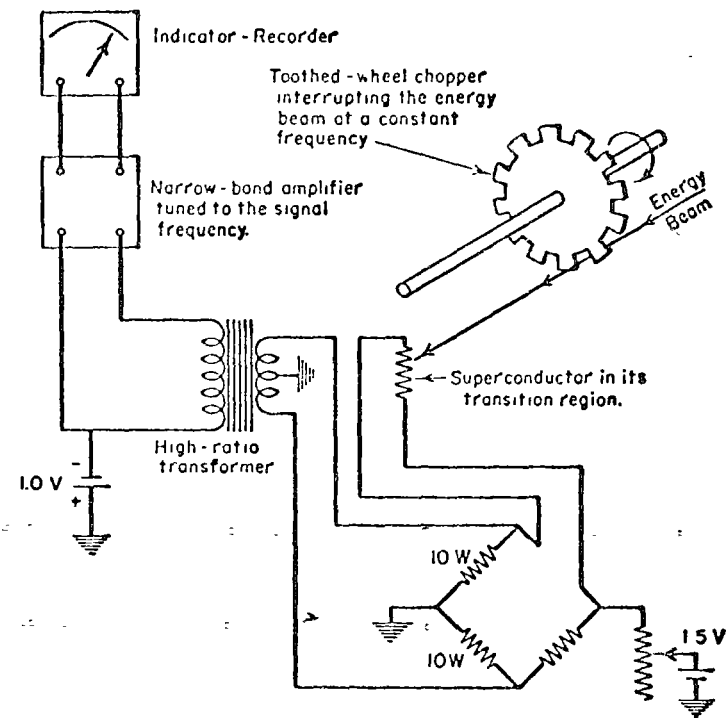


FIGURE 5.11. Superconducting bolometer.

has been developed at the National Bureau of Standards to a very high degree of precision. The Mueller bridge will measure resistance up to 111 ohms. It is a six-dial instrument, one division in the last dial corresponding to 0.0001 ohm. The important resistors are temperature controlled, and other elements and compensators are provided so that an over-all accuracy of 0.0001 ohm can be realized. Figure 5.12 is a simplified circuit diagram of a Mueller bridge with a standard four-lead resistance thermometer. Connections to the thermometer are made through a commutator so that the thermometer can be reversed, putting leads C and c where T and t are shown in the diagram. N or R is the resistance shown on the bridge dials. If N is the bridge reading with the thermometer connections in the "normal" position as shown, and R the reading when reversed,

$$x + C = N + T$$

$$x + T = R + C$$

then

$$x = \frac{N + R}{2}$$

Thus the lead resistance is completely eliminated.

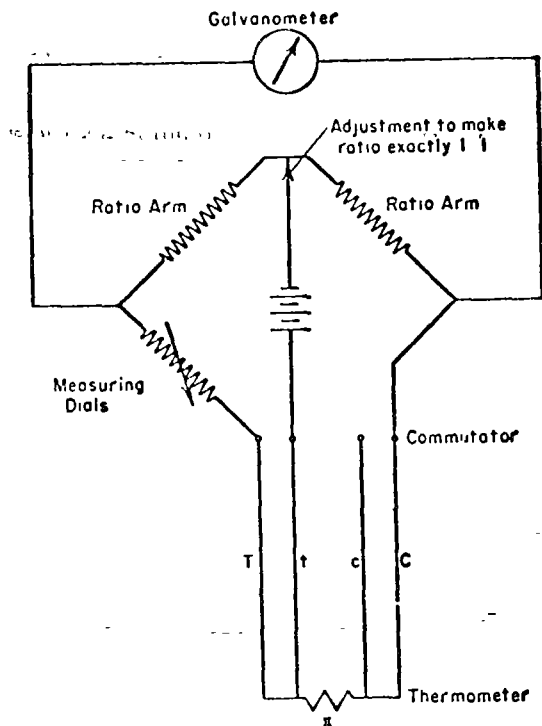


FIGURE 5.12. Diagram of a Mueller bridge with four-lead platinum resistance thermometer.

It will be noted that if lead T has the same resistance as lead C, we need make only one reading. For a great deal of work such a three-lead thermometer is quite adequate. For instance this three-lead arrangement is well suited for a resistance-operated thermostat.

It should be pointed out that the three- or four-lead thermometer demands a Wheatstone bridge with a one-to-one ratio. The multirange Wheatstone bridge cannot be used to compensate lead resistance by the method described. For high-resistance thermometers, lead resistance is sometimes small enough to ignore, so the multirange bridge is suitable. For example, resistance thermometers made of semiconductors often have high resistance, and their large changes in resistance can be followed with such a bridge. Moreover, the high  $dR/dT$  of a semiconductor does not demand as high an accuracy as that furnished by the Mueller bridge. A home-made Wheatstone bridge may be made from a one-to-one-ratio coil and a dial resistance box. Such a bridge may be quite reliable if the ratio arms, Figure 5.12, are wound with manganin wire which is a continuous piece from a single spool. If the coil mount consists of a brass tube, all the wire will all be at very nearly the same temperature and, being at a uniform temperature, the resistances of the two sections

will remain equal. Such a bridge was used quite successfully for controlling the temperature of a stirred-liquid cryostat at NBS.

Figure 5.13 illustrates the potentiometer method of measuring resistances. The thermometer is connected in series with a standard resistor and a small current passed through the circuit. The resistance of the thermometer is determined by measuring in succession the potential across the terminals of the thermometer and the standard resistance. This method is very versatile, since the standard resistance can be chosen to have the same order of resistance as the thermometer. Moreover the energizing current in the potentiometer need not be set at any standard value; a value of current can be used that will utilize all the dials of the potentiometer. It is only necessary to measure successively the potentials (in dial units) across the thermometer and standard resistor in a time interval short enough to be sure that the current in neither circuit changes appreciably between readings. This method is not well adapted to thermostat circuits because changes in the current in either circuit cause a change in the balance of the instrument.

#### VI. MAGNETIC THERMOMETRY. DETERMINING TEMPERATURES PRODUCED BY ADIABATIC DEMAGNETIZATION

5.26. The very low temperatures produced by isentropic demagnetization of paramagnetic salts can be measured by utilizing properties of the salts themselves. In the first place, at moderately low temperatures, down to  $1^\circ\text{K}$  or a little lower, such materials closely obey the Curie relation,

$$\chi = \frac{C}{T}$$

where  $\chi$  is the magnetic susceptibility,  $T$  the absolute temperature, and  $C$  the

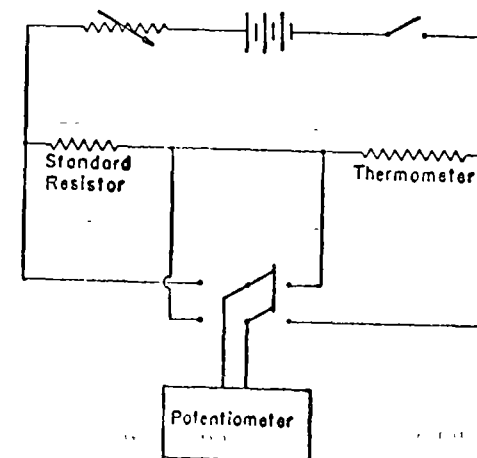


FIGURE 5.13. Potentiometer method of comparing resistances and thereby determining the resistance of a resistance thermometer.

Curie constant. At lower temperatures there are deviations from the Curie relation but it has become customary to go ahead and utilize the Curie formula and designate temperatures thus derived as "Curie" or "magnetic" temperatures and denote them by the symbol  $T^*$ . An apparatus designed for such measurements is shown in Figure 5.14. An alternating current in the primary coil produces alternating voltages in the secondaries. These are equal and opposite when there is no specimen present. The presence of the paramagnetic specimen inside one of the secondaries increases the mutual inductance and

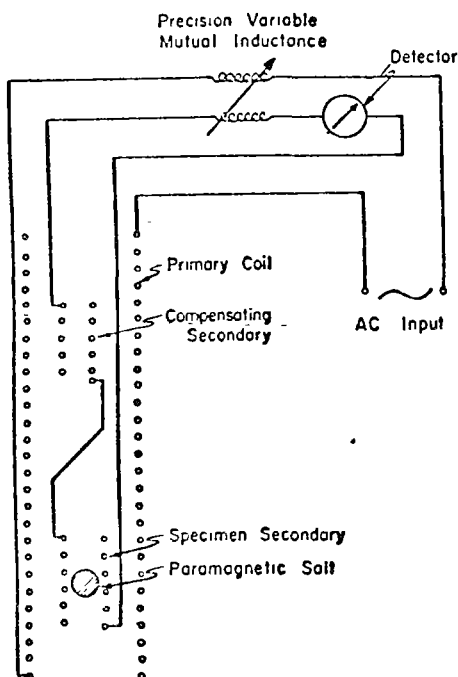


FIGURE 5.14. Magnetic thermometer.

therefore the voltage developed by this coil. Balance is restored by adjusting the external variable mutual inductance. The mutual inductance between the primary coil and the specimen secondary is a linear function of the magnetic susceptibility of the specimen. Thus by determining the mutual inductance at a few temperatures given by the vapor pressure of helium, and plotting the values of mutual inductance against the reciprocal of temperature, lower temperatures may be measured by extrapolation. These lower temperatures are, of course, "magnetic" ( $T^*$ ) temperatures since in this temperature range there are deviations from the Curie relation. A thorough discussion of modern techniques of magnetic thermometry was given by Van Dijk [7].

The conversion of these values of  $T^*$  to absolute thermodynamic temperatures  $T$  is a rather complicated experimental assignment, but it is based on a rigorous, straightforward, and relatively simple thermodynamic treatment. Consider the processes illustrated in Figure 5.15. The paramagnetic salt is brought to a temperature  $T_1$ , known on the thermodynamic scale, for example, 1°K. First, isothermal magnetizations are performed and the amount of heat produced is measured by the evaporation of liquid helium which is in thermal contact with the salt. The entropy changes accompanying the isothermal magnetizations are then obtained simply by dividing the heat of magnetization by  $T_1$ . Thus at  $T_1$  we have an experimental relationship between the magnetic field  $H$  and the entropy of magnetization.

If next a series of isentropic demagnetizations is performed starting at  $T_1$ ,

and therefore the voltage developed by this coil. Balance is restored by adjusting the external variable mutual inductance. The mutual inductance between the primary coil and the specimen secondary is a linear function of the magnetic susceptibility of the specimen. Thus by determining the mutual inductance at a few temperatures given by the vapor pressure of helium, and plotting the values of mutual inductance against the reciprocal of temperature, lower temperatures may be measured by extrapolation. These lower temperatures are, of course, "magnetic" ( $T^*$ ) temperatures since in this temperature range there are deviations from the Curie relation. A thorough discussion of modern techniques of magnetic thermometry was given by Van Dijk [7].

The conversion of these values of  $T^*$  to absolute thermodynamic temperatures  $T$  is a rather complicated experi-

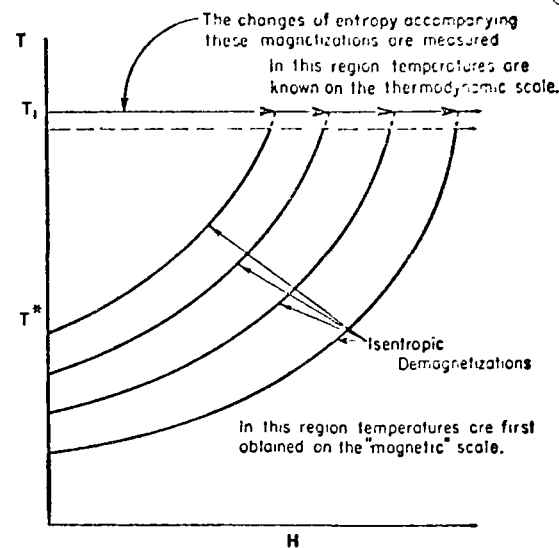


FIGURE 5.15. A method of converting "Curie" temperatures to thermodynamic temperatures.

with various values of initial magnetic field  $H$ , a different final temperature  $T^*$  will be reached in each case. Since the entropy at the start of each of these demagnetizations is known and the demagnetizations are isentropic, we now have an experimental relation between  $T^*$  and the entropy of the salt in zero magnetic field, at the very low final temperatures. From this relation we can compute values of  $(\partial S/\partial T^*)_{H=0}$ .

Next it is necessary to perform an ordinary calorimetric measurement in the absence of magnetic field, that is, add heat to the salt which has been cooled by adiabatic demagnetization and measure the temperature rise. This experiment yields a relation between  $Q$ , the heat added,  $T^*$ , the measured magnetic temperature, and allows us to compute  $(\partial Q/\partial T^*)_{H=0}$ .

From these two partial derivatives the thermodynamic temperature is obtained;

$$T = \frac{dQ}{dS} = \frac{(\partial Q/\partial T^*)_{H=0}}{(\partial S/\partial T^*)_{H=0}}$$

## VII. LIQUID-IN-GLASS THERMOMETERS

5.27. There are many applications which call for the relatively simple but not necessarily inaccurate liquid-in-glass thermometer. When intended for use at low temperatures, most such thermometers are filled with organic liquids and therefore have characteristics quite different from those of mercury thermometers. A very important consideration is the drainage of the liquid. A reading taken immediately after immersion may be low by several

03/62

degrees because some of the liquid clings to the walls of the capillary and drains slowly. The drainage can be speeded by first immersing only the bulb, leaving the stem warm, and then after a few minutes, completing the immersion. When the capillary is cold, drainage is slow because of the higher viscosity of the liquid.

5.28. **Partial Immersion.** Another important source of error is encountered when part of the thermometer stem is at a temperature different from the temperature being measured. It is always best to have all the liquid column immersed; but if this is impractical, a correction for the emergent stem should be made according to the formula

$$\text{Stem correction} = kn(T - t)$$

where  $k$  is the differential expansion coefficient,  $n$  is the number of degrees of stem emergent,  $T$  the temperature of the bath, and  $t$  the mean temperature of the emergent stem.

For toluene, a liquid often used in such thermometers, the value of  $k$  is approximately 0.001 for a centigrade thermometer. When measuring a temperature of  $-50^{\circ}\text{C}$  with 40 degrees of the stem at an average temperature of  $-10^{\circ}\text{C}$  the emergent stem correction will be

$$.001 \times 40[-50 - (-10)] = -1.6^{\circ}\text{C}$$

5.29. **Distillation.** Since many of the organic liquids used in thermometers are quite volatile, it frequently happens that some of the liquid evaporates from the column and condenses in the expansion bulb at the top. Droplets in the capillary itself are usually evident, but it is easy to miss liquid in the expansion bulb.

5.30. **Lower Temperatures.** The liquid most commonly used for thermometers calibrated as low as  $-200^{\circ}\text{C}$  is pentane; actually the pure pentane freezes far above this temperature, but there is a commercial crude mixture of pentanes which remains sufficiently mobile (perhaps by supercooling) to be usable to liquid-nitrogen temperature ( $-196^{\circ}\text{C}$ ). Another liquid which has been used and appears to have some advantages is propane. Propane is less viscous than pentane, but is more volatile. In fact the vapor pressure of propane at room temperature is several atmospheres, so the thermometers are under pressure.

5.31. **Liquid Metals.** The disadvantages mentioned above are eliminated or greatly reduced in thermometers filled with liquid metals. The only difficulty is that liquid metals freeze at relatively high temperatures. Mercury freezes at  $-40^{\circ}\text{C}$ . The range has been extended to about  $-55^{\circ}\text{C}$  by using the eutectic mixture of mercury and thallium.

5.32. **Accuracy Obtainable.** It is dangerous to be dogmatic about accuracy, but experience with low-temperature liquid-in-glass thermometers suggests that those filled with organic liquids can, with reasonable care, be

trusted to  $1^{\circ}$  or  $2^{\circ}\text{C}$ . A good thermometer filled with a liquid metal should have less than one-tenth this error. Some very sensitive mercury-thallium thermometers have been found to be reproducible to 0.01 degree.

## REFERENCES FOR CHAPTER 5

- [1] H. F. Stimson, *J. Research NBS*, **42**, 209 (1949).
- [2] Harold J. Hoge and Ferdinand G. Brickwedde, *J. Research NBS*, **22**, 351 (1939) RP 1188.
- [3] Woolley, Brickwedde, and Scott, *J. Research NBS*, **41**, 379 (1948) RP 1932.
- [4] Harold J. Hoge, *J. Research NBS*, **44**, 321 (1950).
- [5] G. W. Moessen, J. G. Aston, and R. G. Asch, *J. Chem. Phys.*, **22**, 2096 (1954).
- [6] *Conférence de Physique des basses températures*, Paris, 2-8 September 1955.
- [7] H. van Dijk and M. Durieux, in C. J. Gorter (Ed.), "Progress in Low Temperature Physics," North Holland Publishing Co., Amsterdam, Vol. 2 (1957) p. 431.
- [8] H. J. Hoge in "Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry," Reinhold Publishing Corporation, N.Y., Vol. 1 (1941) p. 141.
- [9] S. A. Friedburg in "Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry," Reinhold Publishing Corporation, N.Y., Vol. 2 (1956) p. 359.
- [10] K. Mendelssohn, *Zt. f. Physik*, **73**, 482 (1931).
- [11] R. B. Scott, *J. Research NBS*, **25**, 459 (1940) RP 1339.
- [12] C. H. Meyers and M. S. Van Dusen, *B.S.J. Research*, **10**, 381 (1933) RP 538.
- [13] J. R. Clement and John Gaffney. A report presented at the 1954 Cryogenic Engineering Conference, Boulder, Colorado.
- [14] D. H. Wetzels and O. E. Park, *Rev. Sci. Instr.*, **27**, 57 (1956).
- [15] D. H. Wetzels, W. V. Lobenstein, J. W. Draper, and O. E. Park, *J. Research NBS*, **60**, 221 (1958).
- [16] W. F. Giaque, R. M. Buffington, and W. A. Schulze, *J. Amer. Chem. Soc.*, **49**, 2343 (1927).
- [17] Walter P. White, *J. Amer. Chem. Soc.*, **36**, 2292 (1914) and *Rev. Sci. Instr.*, **4**, 142 (1933).
- [18] G. K. White and S. B. Wood, *Rev. Sci. Instr.*, **28**, 638 (1957).
- [19] J. C. Southard and F. G. Brickwedde, *J. Amer. Chem. Soc.*, **55**, 4378 (1933).
- [20] C. H. Meyers, *B.S.J. Research*, **9**, 807 (1932) RP 508.
- [21] Russell B. Scott and Lane W. Mellors, *J. Research NBS*, **34**, 249 (1945) RP 1640.
- [22] J. A. Becker, C. B. Green, and G. L. Pearson, *Elec. Eng.*, **65**, 711 (1946).
- [23] J. E. Kunzler, T. H. Geballe, and G. W. Hull, *Rev. Sci. Instr.*, **28**, 96 (1957).
- [24] W. F. Giaque, J. W. Stout, and C. W. Clark, *J. Amer. Chem. Soc.*, **60**, 1053 (1938).
- [25] H. van Dijk, W. H. Keesom, and J. P. Steller, *Physica*, **5**, 625 (1938).
- [26] H. A. Fairbank and C. T. Lane, *Rev. Sci. Instr.*, **18**, 525 (1947).
- [27] J. R. Clement and E. H. Quimel, *Rev. Sci. Instr.*, **23**, 213 (1952).
- [28] Donald H. Andrews, "Report of an international conference on fundamental particles and low temperatures held at the Cavendish Laboratory Cambridge on 22-27 July 1946," Vol. 2, *Low Temperatures*, p. 56.
- [29] Robert M. Milton, *Chem. Rev.*, **39**, 419 (1946).
- [30] J. A. Hulbert and G. O. Jones, *Proc. Phys. Soc.* B68, (1955).
- [31] W. H. Keesom, *Leiden Comm. Suppl.* 80a; P. H. Van Laer and W. H. Keesom, *Leiden Comm.*, 252f, *Physica*, **5**, 541 (1938).
- [32] R. B. Scott, C. H. Meyers, R. D. Rands, Jr., F. G. Brickwedde, and N. Bekkedahl, *J. Research NBS*, **35**, 39 (1945).

24/5

curve. With the values of these two partial derivatives evaluated for a particular magnetic temperature, we can then determine the corresponding true absolute temperature from Eq. (6-35), and a calibration curve of  $T$  versus  $T^*$  can be constructed. A few such calibration curves are shown in Fig. 6-17.

It is fairly obvious from the preceding discussion that it would be convenient if we could find a substance which does obey the Curie law over the temperature range of interest, since the calibration procedure is so involved. There is one paramagnetic salt, cerium magnesium nitrate, which obeys the Curie law within  $\pm 1$  percent down to  $0.01^\circ\text{R}$  ( $0.006^\circ\text{K}$ ). For this reason, cerium magnesium nitrate is commonly used as a magnetic thermometer.

One method of measuring the magnetic susceptibility of the paramagnetic material used in the magnetic thermometer is shown in Fig. 6-18. An alternating current is applied to the primary coils. This alternating current induces an alternating voltage in the secondary coils. When the paramagnetic material is placed within one of the secondary coils, the mutual inductance of the coils is increased, which results in an increase in the voltage developed by this coil. Balance is restored by adjusting an external mutual-inductance coil. The mutual inductance required to balance the inductance bridge can be indicated on the external variable-inductance coil. The magnetic susceptibility of the paramagnetic material is a linear function of the mutual inductance; thus, the susceptibility can be determined from the inductance-coil reading.

## PRESSURE MEASUREMENT

Pressure measurement at cryogenic temperatures differs little from ordinary pressure measurement, mainly because the pressure-measurement system is located at ambient temperatures if at all possible. We shall discuss briefly three types of pressure-measuring instruments commonly used in cryogenic systems: manometers and Bourdon gauges (primarily used for static or slowly varying pressures) and diaphragm pressure transducers (used for both static and dynamic pressure measurement). We shall consider the measurement of vacuum pressures in the chapter on vacuum technology.

### 6-11 Manometers

Pressure-measuring systems vary over a wide range of complexity, and the manometer is probably one of the most elementary of all pressure-measurement instruments. The familiar U-tube manometer is

illustrated in Fig. 6-19. If  $p_1$  is the pressure exerted on one leg of the manometer and  $p_2$  is the pressure exerted on the other leg, a force balance may be applied to the column of fluid in the manometer to yield the relationship between the difference in height of the liquid columns,  $\Delta z$ , and the difference in pressure exerted on the legs of the manometer:

$$p_2 - p_1 = \Delta z \frac{\rho g}{g_c} \quad (6-36)$$

where  $\rho$  = density of manometer fluid

$g$  = local acceleration due to gravity

$g_c$  = conversion factor in Newton's second law

As a consequence of this simple relationship, pressure can also be expressed in inches or centimeters of mercury column. In case a fluid other than mercury is used in the manometer, the reading in inches of manometer fluid can be converted to inches of mercury column by

$$\Delta z (\text{Hg}) = \Delta z (\text{fluid}) \frac{\rho}{\rho_{\text{Hg}}} \quad (6-37)$$

One particular problem which arises with the use of the U-tube manometer is oscillation of the fluid when the pressure to be measured varies at a rate near the natural frequency of the manometer. The undamped natural frequency of a U-tube manometer is given by [10]

$$f_0 = \left( \frac{g}{2\pi^2 L} \right)^{1/2} \quad (6-38)$$

where  $L$  is the total length of the fluid within the tube. The viscosity of

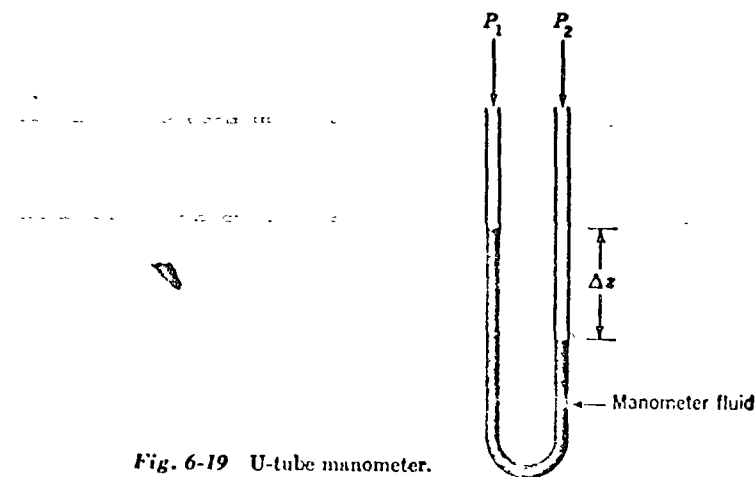


Fig. 6-19 U-tube manometer.

the manometer fluid tends to damp out the fluid oscillations, if given enough time. The damping coefficient for a U-tube manometer is given by

$$c_d = 8\pi L\mu \quad (6-39)$$

where  $\mu$  is the manometer fluid viscosity. From vibration theory, it can be shown that the manometer reading will lag behind the true pressure reading because of the damping of the manometer fluid. If the true pressure increases at a constant rate  $b$ , then the lag of the manometer reading is given by

$$\text{Lag} = p_{\text{true}} - p_{\text{man}} = \frac{c_d g_c b}{4\pi^2 m f_0^2} \quad (6-40)$$

where  $m$  = mass of manometer fluid =  $\frac{1}{4}\pi D^2 L \rho$  and  $D$  = inside diameter of the manometer tube. The lag may be expressed in terms of the manometer parameters as

$$\text{Lag} = \frac{16L\mu g_c b}{D^2 \rho g} \quad (6-41)$$

If the pressure variation is small, the lag can be neglected; however, in general, dynamic pressures can be measured more accurately by instruments other than a manometer, such as the diaphragm transducer.

**example 6-7** A U-tube manometer has an inside diameter of  $\frac{1}{4}$  in. and is filled with mercury so that the length of mercury thread is 24 in. Determine the undamped natural frequency of the manometer and the lag when the pressure is increasing at a rate of 0.2 in. Hg/sec. The mercury in the manometer is at a temperature of 70°F.

Applying Eq. (6-38), we find the undamped natural frequency of the manometer to be

$$f_0 = \left[ \frac{32.2}{(2\pi)^2 (24/12)} \right]^{1/2} = 0.902 \text{ cps}$$

The viscosity of mercury at 70°F is  $3.24 \times 10^{-5}$  lb<sub>f</sub>-sec/ft<sup>2</sup>, so the damping coefficient can be determined by Eq. (6-39):

$$c_d = 8\pi \frac{24}{12} (3.24) (10^{-5}) = 0.00163 \text{ lb}_f\text{-sec/ft}$$

The specific gravity of mercury at 70°F is 13.55, and the mass of mercury within the manometer tube is

$$m = \frac{(\pi/4) (1/4)^2 (13.55) (62.4)}{144} = 0.288 \text{ lb}_m$$

The manometer lag can now be determined from Eq. (6-40):

$$\text{Lag} = \frac{(0.00163) (32.2) (0.2)}{(4\pi^2) (0.288) (0.902)^2} = 0.00114 \text{ in. Hg}$$

This lag is small enough to neglect in some applications; however, if the rate of change of the pressure were 20 in. Hg/sec, then a lag of 0.114 in. Hg might not be negligible.

## 6-12 Bourdon Gauge

The ordinary Bourdon tube gauge consists of a hollow tube with an oval cross section bent in a circular arc. The pressure to be measured is applied to the interior of the tube. This pressure tends to round out the oval cross section. The change in tube cross section tends to straighten out or uncoil the tube, and the magnitude of the uncoiling can be used as an indication of the pressure applied to the gauge. The movement of the free end of the tube is multiplied through a linkage and gearing to a pointer whose movement over a scale becomes the indication of the pressure.

The Bourdon tube gauge is also subject to oscillation problems, as is the U-tube manometer. Myer [11] has analyzed the problem of pulsation damping and has designed dampers which can effectively isolate the pressure gauge from oscillations in pressure so that the gauge indicates an average pressure. A typical pulsation damper is shown in Fig. 6-20. The damper consists of a series of small constrictions between large-volume capacitances. The small constrictions were made by inserting a brass rod into the connecting hole between the larger volumes. The clearance between the rod and the hole was on the order of 0.002 in. If the pressure in the first large volume were suddenly increased, a relatively long time would be required for the pressure in the second large volume to build up because of the resistance to gas flow between the two volumes. For three volumes in series, the pressure in the third volume changes very little from the mean value around which the pressure in the first volume is oscillating; therefore, the pressure pulsations are effectively damped out before reaching the gauge.

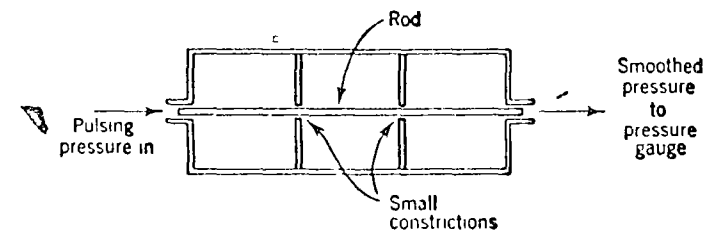


Fig. 6-20 Pressure pulsation damper [11].

Ab/c2

## 6-13 Diaphragm Transducer

For measurement of dynamic or varying pressures, diaphragm transducers are quite effective measuring instruments. A schematic of a diaphragm transducer is shown in Fig. 6-21. The pressure to be measured is applied to one side of a thin metallic diaphragm. The applied pressure tends to bulge out the diaphragm. The central deflection, which can be measured with a strain gauge, is a linear function of the applied pressure [12]. For a flat circular diaphragm, the central deflection is given by

$$\delta = \frac{3pD^4}{256E^3(1 - \nu^2)} \quad (6-42)$$

where  $p$  = applied pressure

$D$  = diaphragm diameter

$E$  = Young's modulus of diaphragm material

$t$  = diaphragm thickness

$\nu$  = Poisson's ratio

Because of the low mass of the diaphragm, the natural frequency of this transducer is quite large—as many as 45,000 cps. The output of

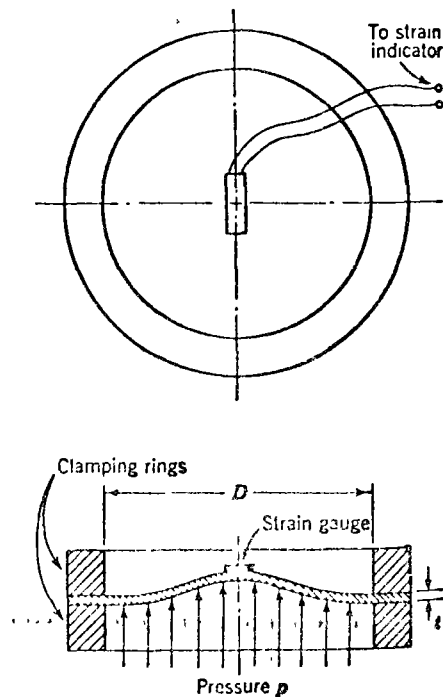


Fig. 6-21 Diaphragm pressure transducer.

the strain gauge can be fed into a strip recorder or oscilloscope with camera to make a permanent record of the dynamic pressure variations or the pressure can be remotely indicated.

To indicate the true pressure, the diaphragm must be maintained at a constant temperature, since the strain gauges used in connection with the transducer will pick up any thermal strains which may be present. The transducer can usually be maintained at constant temperature if it is located in an ambient-temperature region and at least 2 ft of the connecting tube is also in an ambient-temperature region. The use of a stainless-steel connecting tube will also help reduce heat conduction from the transducer to the low-temperature region at which the pressure is to be measured.

## FLOW-RATE MEASUREMENT

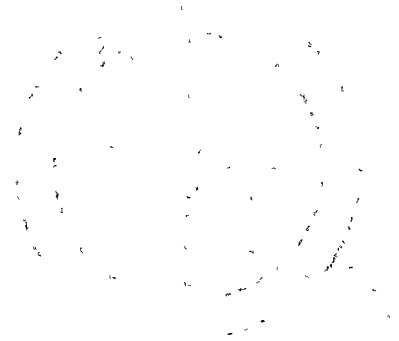
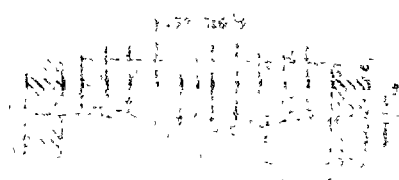
Both mass flow rate and volumetric flow rate are quantities which must be measured in such systems as missile-propellant loading systems, cryogenic-fluid transfer systems, and many others. In this section, we shall look at a few of the methods of measuring flow rate of cryogenic fluids. In addition, the quality of the flowing fluid is important in determining the density of the fluid used in relating volumetric flow to mass flow rate. We shall consider one device which can be used to measure the quality of a flowing stream.

## 6-14 Orifice Meters

In the past some people have been reluctant to use the simple sharp-edged orifice to measure flow rate of cryogenic fluids because of the problem of flashing of the liquid as it experiences a pressure drop through the orifice, if the liquid is near saturation conditions. It has been found, however, that the orifice meter is reliable because flashing does not occur instantaneously; therefore, the problem of vapor-bubble formation within the meter itself is not as serious as it might seem at first glance [13]. It has been found that the calibration curve obtained by using water as the flowing fluid can be directly applied to the measurement of flow of liquid hydrogen, liquid nitrogen, and liquid oxygen with  $\pm 1$  percent accuracy as long as the fluid is in a single phase upstream of the flowmeter.

A schematic of an orifice flowmeter is shown in Fig. 6-22. To ensure a symmetrical velocity distribution upstream of the meter, a length of straight line of from ten to twenty times the tube diameter should be placed upstream of the orifice, and a length of tube equal to about five

1950  
1951



1952  
1953

1954  
1955  
1956  
1957  
1958  
1959  
1960  
1961  
1962  
1963  
1964  
1965  
1966  
1967  
1968  
1969  
1970  
1971  
1972  
1973  
1974  
1975  
1976  
1977  
1978  
1979  
1980  
1981  
1982  
1983  
1984  
1985  
1986  
1987  
1988  
1989  
1990  
1991  
1992  
1993  
1994  
1995  
1996  
1997  
1998  
1999  
2000  
2001  
2002  
2003  
2004  
2005  
2006  
2007  
2008  
2009  
2010  
2011  
2012  
2013  
2014  
2015  
2016  
2017  
2018  
2019  
2020  
2021  
2022  
2023  
2024  
2025  
2026  
2027  
2028  
2029  
2030  
2031  
2032  
2033  
2034  
2035  
2036  
2037  
2038  
2039  
2040  
2041  
2042  
2043  
2044  
2045  
2046  
2047  
2048  
2049  
2050  
2051  
2052  
2053  
2054  
2055  
2056  
2057  
2058  
2059  
2060  
2061  
2062  
2063  
2064  
2065  
2066  
2067  
2068  
2069  
2070  
2071  
2072  
2073  
2074  
2075  
2076  
2077  
2078  
2079  
2080  
2081  
2082  
2083  
2084  
2085  
2086  
2087  
2088  
2089  
2090  
2091  
2092  
2093  
2094  
2095  
2096  
2097  
2098  
2099  
2100

1950  
1951  
1952  
1953  
1954  
1955  
1956  
1957  
1958  
1959  
1960  
1961  
1962  
1963  
1964  
1965  
1966  
1967  
1968  
1969  
1970  
1971  
1972  
1973  
1974  
1975  
1976  
1977  
1978  
1979  
1980  
1981  
1982  
1983  
1984  
1985  
1986  
1987  
1988  
1989  
1990  
1991  
1992  
1993  
1994  
1995  
1996  
1997  
1998  
1999  
2000  
2001  
2002  
2003  
2004  
2005  
2006  
2007  
2008  
2009  
2010  
2011  
2012  
2013  
2014  
2015  
2016  
2017  
2018  
2019  
2020  
2021  
2022  
2023  
2024  
2025  
2026  
2027  
2028  
2029  
2030  
2031  
2032  
2033  
2034  
2035  
2036  
2037  
2038  
2039  
2040  
2041  
2042  
2043  
2044  
2045  
2046  
2047  
2048  
2049  
2050  
2051  
2052  
2053  
2054  
2055  
2056  
2057  
2058  
2059  
2060  
2061  
2062  
2063  
2064  
2065  
2066  
2067  
2068  
2069  
2070  
2071  
2072  
2073  
2074  
2075  
2076  
2077  
2078  
2079  
2080  
2081  
2082  
2083  
2084  
2085  
2086  
2087  
2088  
2089  
2090  
2091  
2092  
2093  
2094  
2095  
2096  
2097  
2098  
2099  
2100





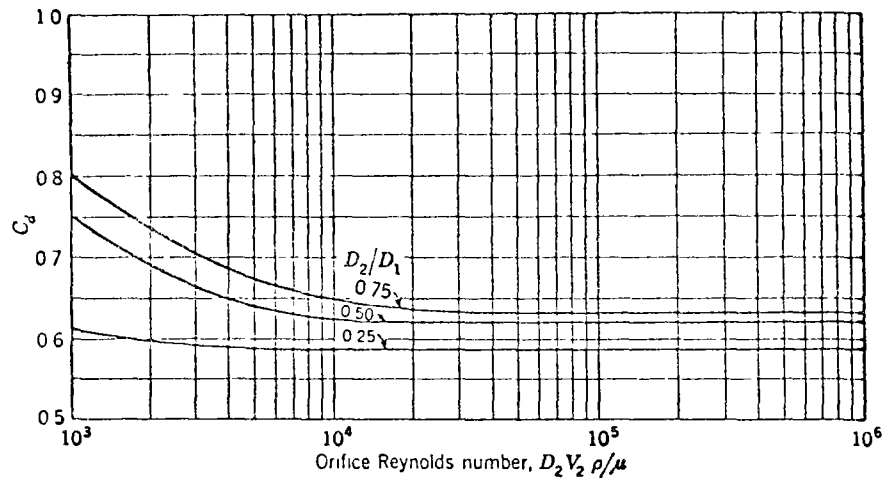


Fig. 6-23 Discharge coefficients for a sharp-edge orifice [13]. The orifice Reynolds number is based on the orifice diameter and the theoretical velocity of the fluid at the orifice cross section.

the orifice does not occur at the orifice cross section. For this reason, the pressure taps must be located accurately if discharge coefficients from one calibration are to apply to other situations. One of the arrangements recommended by the ASME Fluid Meters Code is the *radius tap*, in which the upstream tap is located one tube diameter from the orifice and the downstream tap is located one-half a tube diameter from the orifice.

Flow-rate measurement requires a measurement of the pressure decrease across the orifice. This pressure difference ( $p_1 - p_2$ ) can be directly measured by connecting one pressure line from the downstream tap to one leg of a U-tube manometer and another line from the upstream tap to the other leg of the manometer. For remote indication, a diaphragm transducer can be used. One pressure ( $p_1$ , say) is applied to one side of the diaphragm and the other pressure ( $p_2$ ) is applied to the other side of the diaphragm. The deflection of the diaphragm is proportional to the difference in pressure ( $p_1 - p_2$ ) for this arrangement.

**example 6-3** An orifice meter is used to measure the flow of liquid nitrogen through a 1-in.-ID tube. The diameter of the orifice is 2 in., and the measured pressure drop across the orifice is 0.010 psia. The temperature of the liquid nitrogen is 155°R. Determine the volumetric flow rate and mass flow rate of the liquid nitrogen.

In order to determine the discharge coefficient, we must first determine the theoretical velocity through the orifice so that the orifice Reynolds

number can be calculated. From Eq. (6-19), the velocity-of-approach factor is

$$C_a = \left[ 1 - \left( \frac{2}{4} \right)^4 \right]^{-1/2} = \frac{4}{\sqrt{15}} = 1.032$$

At 155°R the density of liquid nitrogen is 47.8 lb<sub>m</sub>/ft<sup>3</sup>. Applying Eq. (6-18), we find the theoretical velocity through the orifice:

$$V_2 = 1.032 \left[ \frac{(2)(32.2)(0.010)(144)}{47.8} \right]^{1/2} = 1.438 \text{ fps}$$

The viscosity of liquid nitrogen at 155°R is 0.281 lb<sub>m</sub>/ft-hr, so that we can now calculate the orifice Reynolds number:

$$N_{Re} = \frac{D_2 V_2 \rho}{\mu} = \frac{(2/12)(1.438)(3600)(47.8)}{0.281} = 1.468 \times 10^5$$

From Fig. 6-23 at a diameter ratio  $D_2/D_1 = 2/4 = 0.50$ , we find that the discharge coefficient for the orifice is 0.55. The actual volumetric flow rate can now be calculated:

$$\dot{V} = C_d A_2 \bar{V}_2 = 0.55 \frac{\pi}{4} \left( \frac{2}{12} \right)^2 (1.438)(60) = 1.035 \text{ cfm}$$

or

$$\dot{V} = (1.035)(7.481) = 7.75 \text{ gpm}$$

The mass flow rate is

$$\dot{m} = \rho \dot{V} = (47.8)(1.035) = 49.5 \text{ lb}_m/\text{min}$$

### 6-15 Venturi Meter

One disadvantage of the orifice meter is the large frictional and turbulent energy dissipations which occur as the fluid flows through the orifice. In order to reduce this pressure loss of the flowing fluid, venturi meters are often used to measure the flow rate of a fluid. A schematic of a venturi meter is shown in Fig. 6-24. The venturi meter consists of a conical reducer section and a straight throat section, followed by a more gradual enlargement to the original tube diameter. The inlet cone angle is usually 20 to 22°, and the exit cone angle varies from 5 to 7°. The throat diameter is usually from one-half to one-fourth the tube diameter. Pressure taps are placed about one-half a tube diameter upstream of the venturi entrance and at the center of the throat section. The upstream section and the throat section must be made quite smooth to avoid pressure disturbances.

If we apply the first law to the venturi meter, making the same assumptions as in the case of the orifice meter, we obtain Eq. (6-51) for the volumetric flow rate and Eq. (6-52) for the mass flow rate. The

49/62

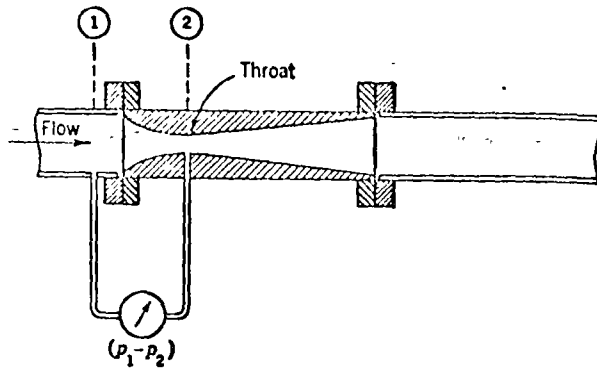


Fig. 6-24 Venturi flowmeter.

difference between the expressions for the two types of meter lies in the values of the discharge coefficient  $C_d$ . For a Reynolds-number range from  $10^5$  to  $10^7$  based on the throat diameter and velocity, the discharge coefficient is fairly constant, as indicated in Fig. 6-25. An average value for the discharge coefficient in this range of Reynolds number is 0.988.

It has been found that problems of cavitation are more severe with a venturi meter than with an orifice meter for the same flow rate and relative size of meters [14]. To avoid the problem of cavitation, it is

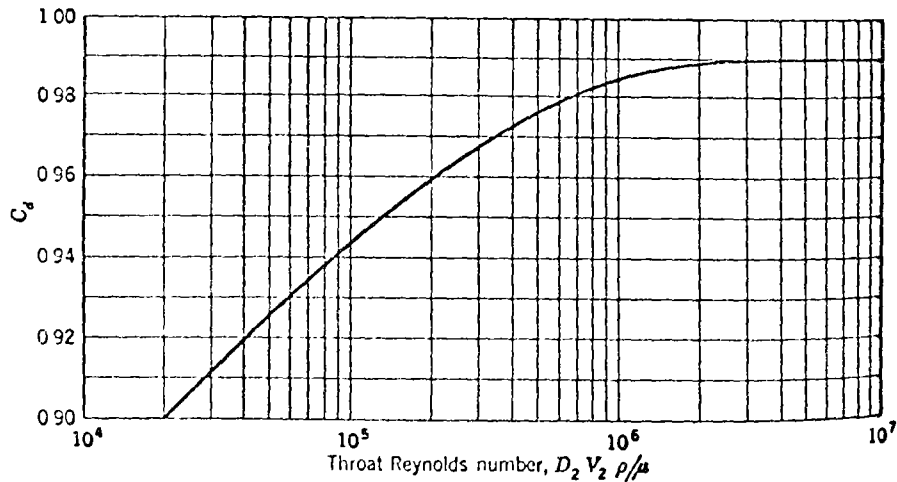


Fig. 6-25 Discharge coefficients for a venturi meter [14]. The throat Reynolds number is based on the throat diameter and the theoretical fluid velocity at the throat cross section.

necessary to maintain the upstream pressure high enough that the vapor pressure is not reached at the throat of the venturi.

**example 6-9** Liquid hydrogen at 45°R flows through a 6-in.-ID tube. A venturi meter having a 3-in.-diameter throat is used to measure the flow rate of fluid. Determine the volumetric flow rate and mass flow rate of liquid hydrogen if the pressure difference for the meter is 0.025 psi. At 45°R the density of liquid hydrogen is 4.03 lb<sub>m</sub>/ft<sup>3</sup> and the liquid viscosity is 0.0278 lb<sub>m</sub>/ft-hr.

Using Eq. (6-49), we find the velocity-of-approach factor

$$C_a = \left[ 1 - \left( \frac{3}{6} \right)^4 \right]^{-1/2} = \frac{4}{\sqrt{15}} = 1.032$$

The theoretical throat velocity can now be calculated by Eq. (6-48):

$$v_2 = 1.032 \left[ \frac{(2)(32.2)(0.025)(144)}{4.03} \right]^{1/2} = 7.83 \text{ fps}$$

The throat Reynolds number can be determined in order to find the discharge coefficient:

$$Re = \frac{(3/12)(7.83)(3600)(4.03)}{0.0278} = 1.023 \times 10^6$$

From Fig. 6-25, we find the discharge coefficient to be

$$C_d = 0.990$$

The actual volumetric flow rate may now be determined from Eq. (6-51):

$$\dot{V} = C_d A_2 v_2 = 0.990 \frac{\pi}{4} \left( \frac{3}{12} \right)^2 (7.83)(60) = 22.9 \text{ cfm}$$

or

$$\dot{V} = (22.9)(7.481) = 171.2 \text{ gpm}$$

The mass flow rate is

$$m = \rho \dot{V} = (4.03)(22.9) = 92.3 \text{ lb}_m/\text{min}$$

### 6-16 Turbine Flowmeters

Turbine flowmeters indicate flow rate by showing the rotational speed of a freely spinning turbine wheel placed in the center of the flowing stream. This same principle is employed in the familiar anemometer used by weather stations in measuring wind velocity. The rotational velocity of the turbine is proportional to the volumetric flow rate, while the total number of revolutions of the turbine wheel is proportional to the total volume of fluid which has passed through the meter. A typical turbine flowmeter is shown in Fig. 6-26.

50/62

A coil containing an Alnico permanent magnet is encased in the side of the meter body. Each time a turbine blade moves past the face of the magnet, the total flux through the pick-off coil changes, thereby inducing a voltage pulse at the coil output terminal. The frequency of these pulses is a measure of the volumetric flow rate of the fluid, and the total number of pulses is a measure of the total volume of fluid which has passed through the meter. The pulse rate may be indicated by a frequency meter, displayed on a cathode-ray oscilloscope, or counted by an EPUT meter (events per unit time meter). The total number of pulses can be counted by an electronic counter.

Turbine flow sensors are true volumetric-flow measurement instruments and are unaffected by changes in density of a single-phase fluid. In applications in which a two-phase fluid flow rate is to be measured, the turbine sensor will indicate the volume of vapor plus the volume of liquid.

The low inertia of the flow turbine rotor allows good dynamic response to transient flows. The time constant for the turbine flowmeter is typically from 2 to 12 msec, depending upon the flow rate and the size of the rotor. Transient response of the complete measuring system is limited not only by the response of the turbine but also by the characteristics of the frequency-indication system.

Small changes in the viscosity of the flowing fluid cause a change in the calibration factor for the meter according to a predictable curve.

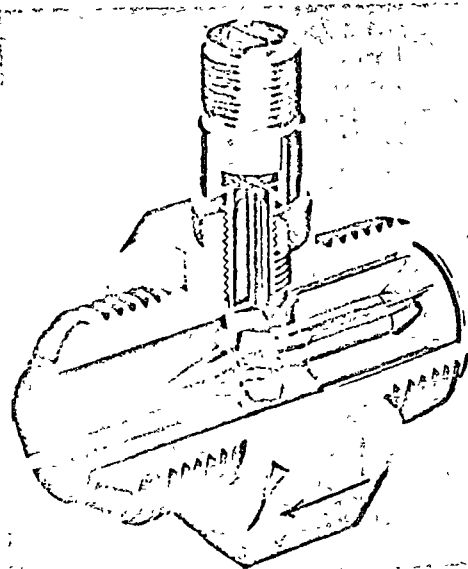


Fig. 6-26 Foxboro turbine flow transmitter. (The Foxboro Company, Foxboro, Mass.)

The effect of viscosity variation is most severe in the lower portion of the flow-sensor range. At higher flow rates, the viscosity correction is generally negligible.

Other rotary volumetric flowmeters such as the rotary piston water meter have been calibrated with water as the flowing fluid and with liquid oxygen as the flowing fluid. The mean deviation of the LOX calibration from the water calibration has been found to be less than 1 percent [15].

### 6-17 Fluid-quality Measurement

In measuring the volumetric or mass flow rate, one must know the density of the flowing fluid. If the fluid flows as a single phase, a measurement of the temperature and pressure of the fluid would allow one to determine the fluid density. If the flow is two-phase—liquid plus vapor—then the quality or the fraction of the total mass flowing which is in the vapor phase must be known. If the quality  $x$  is known, the specific volume of the fluid is given by

$$v = (1 - x)v_f + xv_g = v_f + x(v_g - v_f) \quad (6-53)$$

where  $v_f$  is the saturated-liquid specific volume and  $v_g$  is the saturated-vapor specific volume.

A quality-measuring probe based on the variation of the fluid dielectric constant with quality has been developed by the Beech Aircraft Corporation [16]. The Beech Aircraft quality meter is shown schematically in Fig. 6-27. The measurement section consists of an inner rod concentric to an outer cylindrical case. The inner rod is electrically insulated from the outer case by supporting the inner rod by wires passing

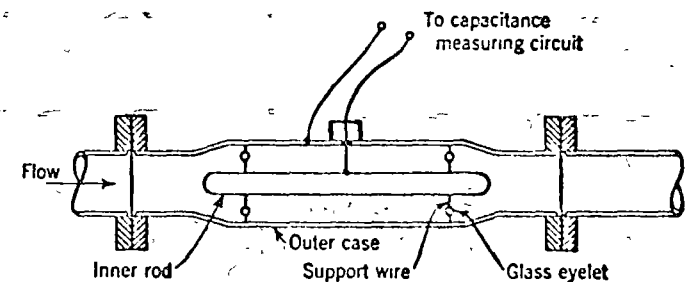


Fig. 6-27 Capacitance quality meter [16].

5/62

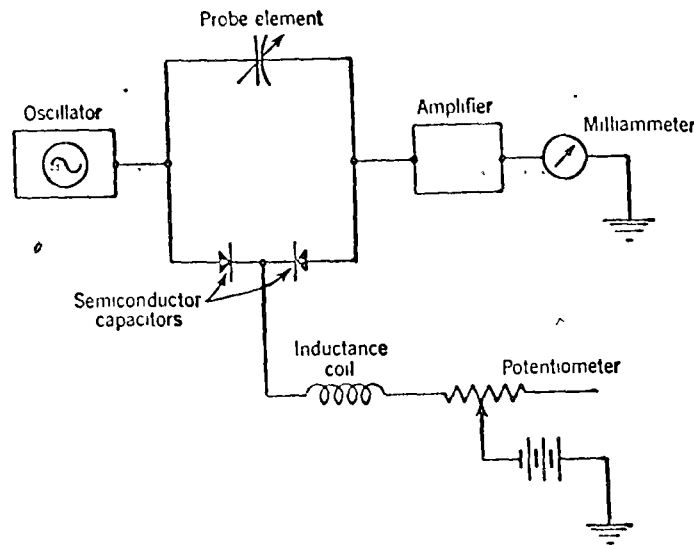


Fig. 6-28 Metering circuit for the capacitance quality meter [16]. A capacitance bridge could also be used to measure the probe capacitance.

through glass eyelets. The cross-sectional area of the annulus between the rod and case is made equal to the cross-sectional area of the transfer line in which the probe is placed, so that no acceleration or deceleration effects will be introduced by the probe.

The basic metering circuit for the probe is shown in Fig. 6-28. An oscillator is applied to an inductance-capacitance circuit. The probe is the variable capacitance in the circuit. The measuring circuit is tuned to resonance by varying the voltage applied to two semiconductor capacitors through the use of a potentiometer. The capacitance of the semiconductors is a linear function of the applied voltage. The reading of the potentiometer can then be used as an indication of the capacitance of the probe. The milliammeter is used to determine when resonance of the inductance-capacitance loop is achieved. The probe capacitance could also be measured by any accurate capacitance bridge.

The probe capacitance may be related to the fluid quality by direct static calibration or by the following analysis. The capacitance of a concentric-cylinder capacitor which is long enough that end effects can be neglected is given by

$$C = \frac{2\pi L\epsilon}{\ln(D_o/D_i)} \quad (6-54)$$

where  $L$  = length of cylinder

$\epsilon$  = dielectric constant of material in annulus of cylinders

$D_o$  = inside diameter of outer cylinder

$D_i$  = outside diameter of inner cylinder

If we assume that the dielectric constant of a two-phase mixture is linearly related to the volumetric fraction of vapor and liquid, we may write

$$\epsilon = \frac{V_f}{V_f + V_o} \epsilon_f + \frac{V_o}{V_f + V_o} \epsilon_o$$

$$\text{or } \epsilon = \epsilon_f - \frac{V_o}{V_f + V_o} (\epsilon_f - \epsilon_o) \quad (6-55)$$

where  $\epsilon_f$  = dielectric constant of saturated liquid

$\epsilon_o$  = dielectric constant for saturated vapor

$V_f$  = volume of liquid in annular space

$V_o$  = volume of vapor in annular space

The volume ratio can be related to the quality of the fluid by

$$x = \frac{m_o}{m} = \frac{V_o \rho_o}{(V_f + V_o) \rho} \quad (6-56)$$

where  $\rho_o$  = density of the saturated vapor =  $1/v_o$  and  $\rho$  = density of the two-phase mixture,

$$\rho = \rho_f - \frac{V_o(\rho_f - \rho_o)}{V_f + V_o} \quad (6-57)$$

Since the dielectric constants and the saturated liquid and vapor densities vary with pressure, a calibration at one fluid pressure level will not be exactly correct at a different pressure level. The difference between a measurement at 1 atm and a measurement at 7 atm is approximately 5 percent for the Beech Aircraft quality probe when liquid hydrogen is the flowing fluid. For accurate measurements, therefore, a calibration should be made for the pressure level at which the measurements are to be taken.

If the mass flow rate can be determined by another means, quality can also be measured by a venturi meter [17]. In the studies of Smith et al., it was found that fluid quality was a linear function of the parameter  $\sqrt{\Delta p/\dot{m}}$ , where  $\Delta p$  is the pressure drop between the entrance of the venturi and the venturi throat and  $\dot{m}$  is the mass flow rate through the venturi. This linear correlation applied in the low-quality range from  $x = 0$  to  $x = 0.1$ .

**example 6-10** Liquid hydrogen flows in a tube at 20 psia and 38.66°R (saturated conditions). A quality probe having a length of 2 ft, an inner-cylinder diameter of 1.5 in., and an outer-cylinder diameter of 2.5 in. is placed in the line. If the capacitance of the probe is 78  $\mu\text{f}$ , determine the quality of the flowing fluid.

For liquid hydrogen and gaseous hydrogen at 38.66°R, we find the following property values:

$$\begin{aligned}\rho_f &= 1.35 \text{ lb}_m/\text{ft}^3 & \epsilon_f &= 1.224 \\ \rho_g &= 0.1099 \text{ lb}_m/\text{ft}^3 & \epsilon_g &= 1.000\end{aligned}$$

Using Eq. (6-51), we can calculate the dielectric constant for the two-phase mixture:

$$\epsilon = \frac{C \ln(D_o/D_i)}{2\pi L} = \frac{78 \ln(2.5/1.5)}{(2\pi)(2)(0.3013)(10^9/36\pi)} = 1.177$$

The volume ratio may be calculated from Eq. (6-55):

$$\frac{V_g}{V_f + V_g} = \frac{\epsilon_f - \epsilon}{\epsilon_f - \epsilon_g} = \frac{1.224 - 1.177}{1.224 - 1.000} = 0.210$$

From Eq. (6-57), the density of the two-phase mixture is

$$\rho = 4.35 - (0.210)(4.35 - 0.1099) = 3.46 \text{ lb}_m/\text{ft}^3$$

Finally, the fluid quality can be determined from Eq. (6-56):

$$x = \frac{(0.210)(0.1099)}{3.46} = 0.0666$$

## LIQUID-LEVEL MEASUREMENT

In a closed storage vessel, it is important to determine the amount of liquid remaining within the vessel at any time. For a given vessel, the quantity of liquid can be determined if the level of liquid in the vessel is known. The measurement of liquid level can be carried out by a variety of means, ranging from a simple dipstick to a complicated electronic arrangement. For small containers, one can introduce an open tube into the dewar, and an unmistakable "frying" or "bubbling" sound can be heard when the end of the tube reaches the liquid surface. A styrofoam float with a balsawood rod in it can be used as a float liquid-level indicator. For larger closed containers, more involved methods must be used. In this section, we shall look at a few of the many methods used to measure liquid level in a closed container.

## 6-18 Hydrostatic Gauges

One of the simplest liquid-level indicators, which is applicable to all types of fluids and all sizes of containers, is the hydrostatic gauge, shown schematically in Fig. 6-29. A differential pressure-measuring instrument, such as a U-tube manometer or a diaphragm transducer, is used to measure the hydrostatic pressure of the fluid in the container. The pressure pickups (long capillary tubes) are constructed with "goose-necks" in the liquid line and with long horizontal sections so that the cryogenic fluid will not drain down into the pressure gauge.

The hydrostatic pressure is related to liquid level by

$$\Delta p = L_f \rho_f \frac{g}{g_c} + L_g \rho_g \frac{g}{g_c} \quad (6-58)$$

where  $L_f$  = height of liquid column

$\rho_f$  = liquid density

$L_g$  = height of vapor column

$\rho_g$  = vapor density

Since the vapor density can be neglected in comparison with the liquid density for pressures much lower than the critical pressure for fluids other than hydrogen and helium, the hydrostatic pressure is directly related to the liquid level  $L_f$ :

$$\Delta p = L_f \rho_f \frac{g}{g_c} \quad (6-59)$$

Some of the problems associated with this type of gauge include pressure oscillations and low sensitivity for liquid hydrogen and liquid helium, which have very low densities. The problem of pressure oscill-

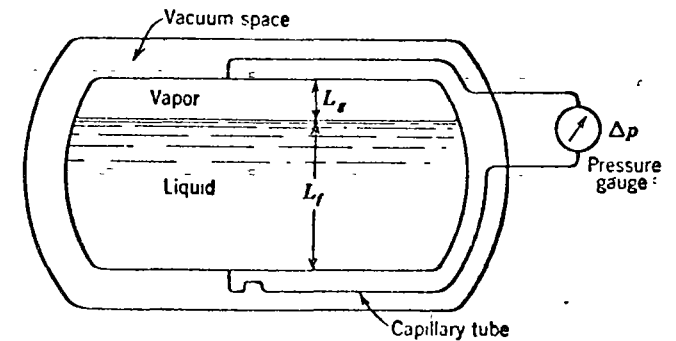


Fig. 6-29 Hydrostatic liquid-level gauge.

lations can be overcome by the use of a pressure damper, as discussed in Sec. 6-12. For hydrogen and helium liquid-level indication, a more sensitive pressure transducer is required. For example, an inclined-tube manometer can be used instead of a U-tube manometer.

**example 6-11** For a 6-ft-ID liquid-hydrogen vessel, the hydrostatic pressure indication is 0.125 psi. If the fluid pressure in the ullage space is 1 atm, determine the liquid level. Compare the sensitivity of the liquid-hydrogen-level indicator with a hydrostatic gauge for liquid-nitrogen-level indication. In Eq. (6-58), we note that  $L_g = L - L_f$ , where  $L$  is the inside diameter of the horizontal cylindrical container. Making this substitution,

$$\Delta p = L_f(\rho_f - \rho_v) \frac{g}{g_c} + L\rho_v \frac{g}{g_c}$$

Solving for the liquid level,

$$L_f = \frac{\Delta p - L\rho_v(g/g_c)}{(\rho_f - \rho_v)(g/g_c)} = \frac{(0.125)(144) - (6)(0.0331)(1)}{(4.43 - 0.0331)(1)} = 4.03 \text{ ft}$$

If we had ignored the effect of the vapor, we should have obtained an answer of 4.06 ft, which is in error by only 0.7 percent.

From Eq. (6-58), we can determine the sensitivity of the liquid-level gauge:

$$\frac{d(\Delta p)}{dL_f} = \frac{(\rho_f - \rho_v) \frac{g}{g_c}}{144} = \frac{(4.43 - 0.0331)(1)}{144} = 0.0308 \text{ psi/ft}$$

For liquid nitrogen at 1 atm,

$$\frac{d(\Delta p)}{dL_f} = \frac{(50.4 - 0.287)(1)}{144} = 0.348 \text{ psi/ft}$$

Therefore, this type of liquid-level gauge is 11.3 times as sensitive for liquid nitrogen as for liquid hydrogen.

### 6-19 Electric-resistance Gauges

By heating a wire with a small electric current, the temperature of the wire may be raised somewhat above the temperature of the fluid in which the wire is immersed. Since the heat-transfer coefficient for a liquid is about one or two orders of magnitude greater than that of the vapor, when the wire is exposed to the vapor the temperature of the wire will be greater than when the wire is immersed in liquid. By measuring the electric resistance of the heated wire while it is slowly raised through the liquid, the point at which the wire moves through the surface of the liquid into the vapor region can be determined, as indicated in Fig. 6-30.

The heat-transfer coefficient for free-convection heat transfer

from a small wire is given by [18]

$$h_c = \frac{2k_t/D}{\ln(1 + \phi N_{Gr}^{-1})} \quad (6-60)$$

where  $\phi = 3.70(N_{Pr} + 0.952)^{1/4}(N_{Pr})^{-1/2}$

$N_{Gr} = \text{Grashof number} = g\beta\rho^2 D^3 \Delta T / \mu^2$

$N_{Pr} = \text{Prandtl number} = \mu c_p / k_t$

$k_t = \text{thermal conductivity}$

$D = \text{wire diameter}$

$\beta = \text{thermal expansion coefficient}$

$\rho = \text{density}$

$\mu = \text{viscosity}$

$c_p = \text{specific heat}$

$\Delta T = \text{temperature difference between wire and fluid}$

For gaseous nitrogen at 1 atm and 139°R,  $k_t = 0.0048 \text{ Btu/hr-ft}^\circ\text{F}$  and  $N_{Pr} = 0.79$ . For saturated liquid nitrogen at 1 atm and 139°R,  $k_t = 0.0805 \text{ Btu/hr-ft}^\circ\text{F}$  and  $N_{Pr} = 2.32$ . For a Grashof number of 2.0 and a wire diameter of 0.01 in., we find the heat-transfer coefficients from Eq. (6-60) to be

$$h_c = 7.52 \text{ Btu/hr-ft}^\circ\text{F} \quad \text{for gaseous nitrogen}$$

$$h_c = 146 \text{ Btu/hr-ft}^\circ\text{F} \quad \text{for liquid nitrogen}$$

For the same heat-dissipation rate, the difference in temperature between

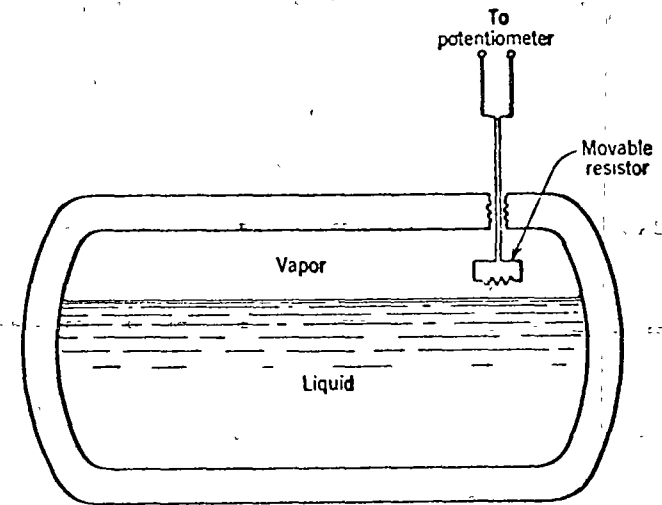


Fig. 6-30 Movable electric resistance liquid-level gauge.

54/62

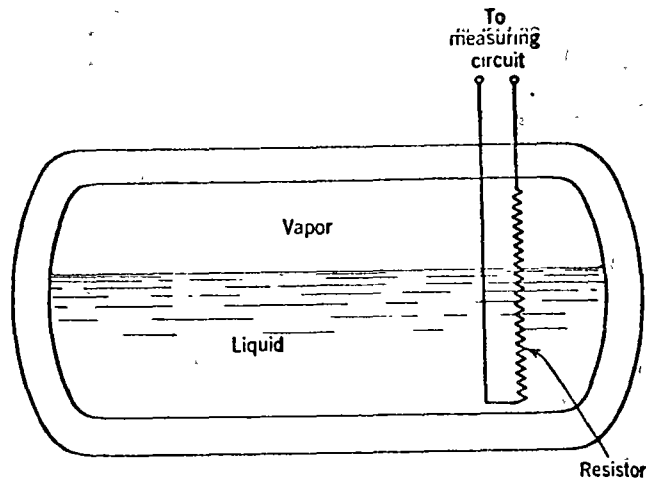


Fig. 6-31 Fixed electric resistance liquid-level gauge.

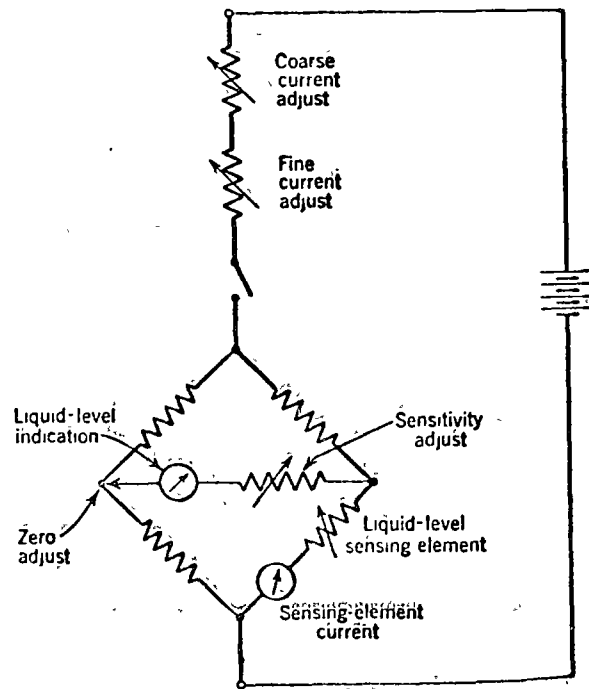


Fig. 6-32 Bridge circuit for the fixed electric resistance gauge [20].

the wire and the surrounding vapor will be  $146/7.52 = 19.4$  times the temperature difference when the wire is immersed in liquid. In other words, if the wire temperature is  $140^\circ\text{R}$  when immersed in the liquid at  $139^\circ\text{R}$ , for the same heat-transfer rate, the wire temperature will be  $139 + 19 = 158^\circ\text{R}$  when the wire is immersed in the vapor at  $139^\circ\text{R}$ . The change in resistance of the wire over this temperature interval is certainly great enough to measure by using either of the methods discussed in Sec. 6-6.

Wexler and Cox [19] and Maimoni [20] have used vertical wires or strips arranged so that the length of wire immersed in the liquid gives a measure of the liquid level, as indicated in Fig. 6-31. This type of resistance level indicator has the advantage that it gives a continuous indication of the liquid level without moving the resistor within the liquid container. A modified bridge circuit used with the liquid-level gauge is shown in Fig. 6-32. The bridge is first balanced at zero liquid level, and the current through the liquid-level ammeter gives an indication of the liquid level at any other condition.

### 6-20 Capacitance Liquid-level Probes

A capacitance liquid-level indicator can be used to measure liquid level in much the same way as the capacitance quality gauge indicates the fraction of the flow which is in the vapor phase [21]. A schematic of a capacitance probe is shown in Fig. 6-33. The probe consists of two

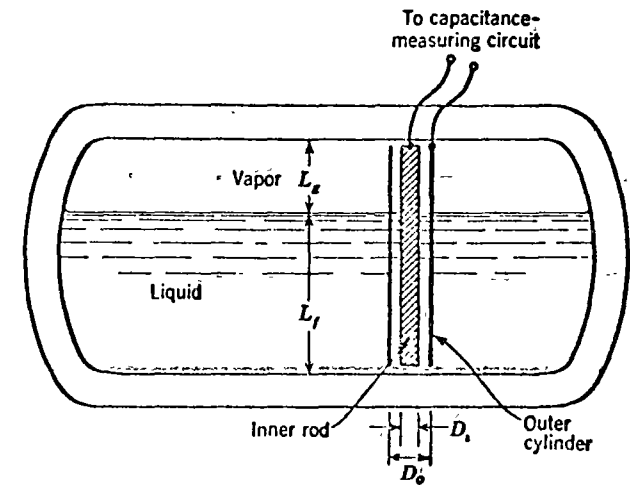


Fig. 6-33 Capacitance liquid-level gauge.

55/62

concentric cylindrical electrodes placed vertically in the storage vessel. The difference in the dielectric constant of the liquid and vapor phases is the basis of this liquid-level gauge.

The capacitance of a concentric-cylinder capacitor which is long enough that end effects can be neglected is given by Eq. (6-54). The total capacitance for the gauge is given by

$$C = C_f + C_o = \frac{2\pi L_f \epsilon_f}{\ln(D_o/D_i)} + \frac{2\pi L_o \epsilon_o}{\ln(D_o/D_i)} \quad (6-61)$$

where  $L_f$  is the length of the gauge immersed in liquid and  $L_o$  is the length of gauge immersed in vapor. If  $L$  = total length of the gauge =  $L_f + L_o$ , then

$$C = \frac{2\pi L}{\ln(D_o/D_i)} \left[ \epsilon_o + \frac{L_f}{L} (\epsilon_f - \epsilon_o) \right] \quad (6-62)$$

Solving for the liquid level, we see that it is a linear function of the capacitance of the gauge:

$$L_f = \frac{C \ln(D_o/D_i)}{2\pi(\epsilon_f - \epsilon_o)} - \frac{\epsilon_o L}{\epsilon_f - \epsilon_o} \quad (6-63)$$

The sensitivity of the capacitance liquid-level gauge can be determined from Eq. (6-62):

$$\frac{dC}{dL_f} = \frac{2\pi(\epsilon_f - \epsilon_o)}{\ln(D_o/D_i)} \quad (6-64)$$

The sensitivity is independent of the length of the probe or the liquid level. For a given fluid, the sensitivity can be selected by choosing a certain ratio ( $D_o/D_i$ ). The gauge is made more sensitive by making the annular space between the capacitance elements,  $\Delta x = \frac{1}{2}(D_o - D_i) = \frac{1}{2}D_i(D_o/D_i - 1)$ , as small as possible without causing arcing across the capacitor plates.

**example 6-12** A capacitance liquid-level gauge is used to indicate liquid level in a liquid-oxygen vessel. The total length of the probe is 6 ft, and the inner and outer cylinders of the probe have diameters of 2 and 3 in., respectively. If the capacitance reading of the probe is 332  $\mu\text{mf}$ , determine the liquid level. Determine the sensitivity of the gauge and compare with the sensitivity of the same gauge measuring hydrogen liquid level at the normal boiling point. The pressure in the oxygen vessel is 1 atm, and the liquid temperature is 162°R. For oxygen,  $\epsilon_f = 1.4837$  and  $\epsilon_o = 1.0016$ ; for hydrogen,  $\epsilon_f = 1.227$  and  $\epsilon_o = 1.000$ .

The liquid level can be directly calculated from Eq. (6-63):

$$L_f = \frac{332 \ln(3/2)}{(2\pi)(1.4837 - 1.0016)(0.3048)(10^9/36\pi)} - \frac{(1.0016)(6)}{1.4837 - 1.0016}$$

$$= 16.45 - 12.45 = 4.00 \text{ ft}$$

The factor 0.3048 m/ft is a conversion factor from meters to feet; the quantity  $(10^9/36\pi) \mu\text{mf/m}$  is the permittivity of free space  $\epsilon_o$  in the mks system of units.

The sensitivity of the probe when measuring liquid oxygen can be determined from Eq. (6-64):

$$\frac{dC}{dL_f} = \frac{(2\pi)(1.4837 - 1.0016)(0.3048)(10^9/36\pi)}{\ln(3/2)}$$

$$= 8.17 \mu\text{mf/ft} \quad \text{for liquid oxygen}$$

The only difference between liquid-oxygen gauging and liquid-hydrogen gauging with the capacitance gauge is the dielectric constants. The sensitivity of the probe when measuring liquid hydrogen at 1 atm and 36.7°R is

$$\frac{dC}{dL_f} = \frac{(8.17)(1.227 - 1.000)}{1.4837 - 1.0016} = 3.85 \mu\text{mf/ft} \quad \text{for liquid hydrogen}$$

Thus, the probe is about 2.1 times as sensitive when measuring liquid-oxygen level as when measuring liquid-hydrogen level.

### 6-21 Load Cells

If the purpose of the liquid-level measurement is only to determine the amount of liquid in the container, one method which can be used is to weigh the container and its contents. The weight of the empty container is measured, and any additional weight when the container is filled with liquid must be due to the liquid. In this arrangement, the weight measurement should be quite accurate, since the weight of the vessel is sometimes an appreciable percentage of the total weight, especially for liquid hydrogen and liquid helium.

The load cell is one instrument which is well suited for the measurement of large weights, such as 28,000-gal liquid-oxygen vessels. A schematic of a hydraulic load cell is shown in Fig. 6-34, and a strain-gauge load cell is shown in Fig. 6-35. In the hydraulic load cell, the pressure of the hydraulic fluid is directly related to the force applied to the load-cell piston by  $F = pA$ , where  $A$  is the cross-sectional area of the piston. Friction between the piston and the cylinder must be eliminated for accurate measurement. This is accomplished by providing a clearance between the piston and cylinder so that they do not actually touch. A thin elastic diaphragm or ring is used to seal the clearance space between piston and



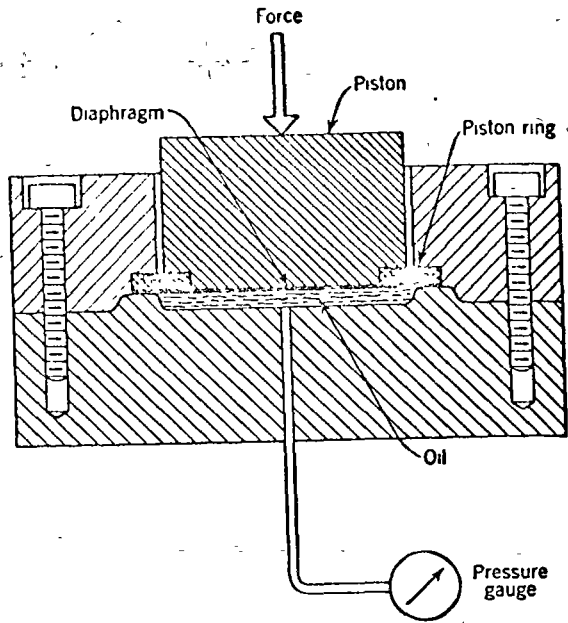


Fig. 6-34 Hydraulic load cell.

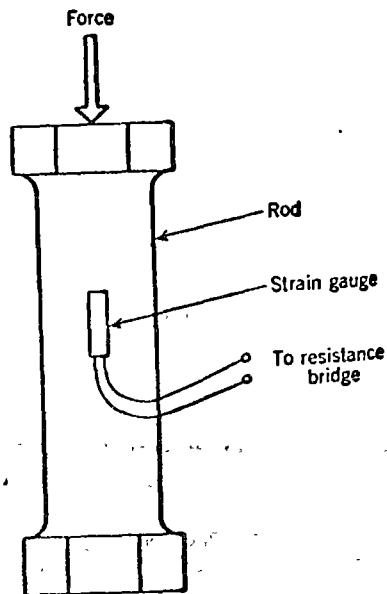


Fig. 6-35 Strain-gauge load cell.

cylinder. The piston movement is usually small--on the order of 0.002 in. at full load. Capacities as large as 5 million lb<sub>f</sub> have been attained by using this type of force transducer [22].

The strain-gauge load cell consists of a rod on which strain gauges are placed to measure the strain of the rod when a force is applied. The applied force is directly related to the strain of the rod through Hooke's law,

$$F = EAe \tag{6-65}$$

where  $E$  = Young's modulus  
 $A$  = cross-sectional area of rod  
 $e$  = strain

6-22 Thermodynamic Liquid-level Gauges

Thermodynamic liquid-level probes are based on the principle that a liquid undergoes a large change in volume when it is evaporated [23]. A schematic of a thermodynamic liquid-level gauge is shown in Fig. 6-36. The probe consists of a thin capillary tube which is slightly heated by an electric current. The capillary is connected to a dead volume which is at ambient temperature. The gauge is initially charged with a measured amount of gas of the same type as that in the storage vessel; i.e., if liquid hydrogen is to be gauged, the level gauge will be charged with hydrogen gas. As the capillary tube is immersed in the cryogenic liquid,

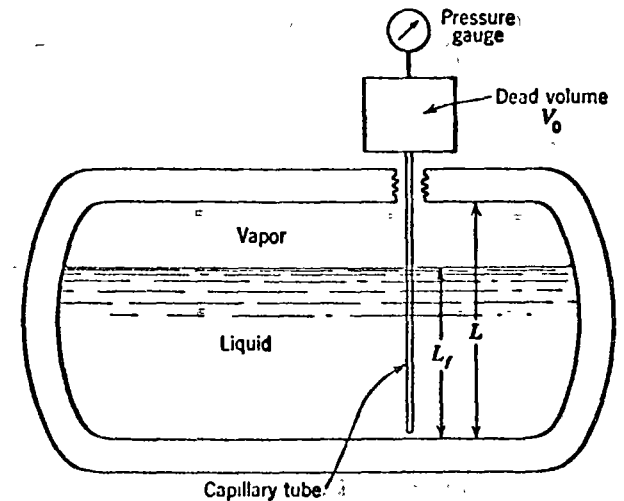


Fig. 6-36 Thermodynamic liquid-level gauge.

5/62

the gas which is in the immersed portion of the tube will be condensed. The change in volume of the gas during condensation reduces the pressure of the gas within the tube and dead volume. The pressure within the dead volume may then be used as an indication of the liquid level.

We can develop the relationship between the gauge pressure and liquid level as follows. Since the mass of gas within the gauge remains constant, we may write

$$m = m_f + m_g + m_0 = \rho_f V_f + \rho_g V_g + \rho_0 V_0 \quad (6-66)$$

where  $m$  = total mass of gas with which gauge is initially charged

$m_f$  = mass of liquid within capillary tube

$m_g$  = mass of vapor in capillary tube

$m_0$  = mass of gas in dead volume

$\rho$  = density

$V$  = volume

The subscript  $f$  denotes liquid, subscript  $g$  denotes vapor, and subscript  $0$  denotes dead volume. The capillary tube has a constant cross-sectional area  $A_c$ , so we may write Eq. (6-66) as

$$m = A_c(\rho_f L_f) + A_c(\rho_g L_g) + \rho_0 A_0$$

$$\text{or } m = A_c[(\rho_f - \rho_g)L_f + \rho_g L] + \rho_0 V_0 \quad (6-67)$$

where  $L = L_f + L_g =$  total length of the capillary tube and  $L_f =$  liquid level. Solving for the liquid level  $L_f$ , we obtain

$$L_f = \frac{(m - \rho_0 V_0)/A_c - \rho_g L}{\rho_f - \rho_g} \quad (6-68)$$

The densities in Eq. (6-68) are determined by the pressure indicated by the gauge and the temperatures of the dead volume and the fluid within the probe.

The equation of state of both the liquid phase and the vapor phase can be expressed as

$$p = Z\rho RT \quad (6-69)$$

where  $Z$  is the supercompressibility factor, which is a function of the pressure and temperature of the fluid. Values of the supercompressibility factor for liquid hydrogen and liquid nitrogen are shown in Tables 6-6 and 6-7. Substituting the density from Eq. (6-69) into Eq. (6-68), we obtain an expression for the liquid-level dependence on the pressure within the gauge:

$$L_f = \frac{(mRT_f/A_c)1/p - V_0T_f/Z_0T_0A_c - LT_f/Z_0T_0}{1/Z_f - T_f/Z_0T_0} \quad (6-70)$$

Table 6-6 Supercompressibility factor  $Z$  for liquid hydrogen [25]  $Z = p_0/RT$

Temperature, °K	Saturated liquid	Pressure, atm												
		10	20	30	40	60	80	100	120					
16	0.004107	0.2022	0.3990	0.5941	0.7851	1.159	1.444	1.787						
17	..	0.1923	0.3798	0.5637	0.7414	1.097	1.371	1.695	2.002					
18	0.008151	0.1835	0.3624	0.5570	0.7087	1.041	1.306	1.612	1.906					
19	..	0.1760	0.3471	0.5140	0.6773	0.9960	1.250	1.539	1.821					
20	0.01529	0.1693	0.3337	0.4936	0.6498	0.9542	1.199	1.474	1.746					
21	0.02032	0.1636	0.3218	0.4756	0.6256	0.9168	1.154	1.416	1.676					
22	0.02533	0.1587	0.3113	0.4595	0.6036	0.8838	1.114	1.366	1.615					
23	0.03100	0.1545	0.3023	0.4456	0.5850	0.8552	1.079	1.321	1.559					
24	0.03936	0.1510	0.2941	0.4332	0.5685	0.8290	1.046	1.280	1.509					
25	0.04918	0.1480	0.2880	0.4229	0.5538	0.8052	1.017	1.243	1.464					
26	0.05817	0.1457	0.2838	0.4137	0.5403	0.7841	0.9908	1.210	1.421					
27	0.07101	0.1440	0.2782	0.4057	0.5286	0.7645	0.9666	1.179	1.382					
28	0.08442	0.1431	0.2744	0.3988	0.5185	0.7471	0.9450	1.151	1.347					
29	0.1042	0.1437	0.2718	0.3932	0.5095	0.7317	0.9255	1.124	1.316					
30	0.1208	0.1456	0.2708	0.3890	0.5026	0.7185	0.9076	1.101	1.287					
31	0.1407	0.1498	0.2712	0.3861	0.4969	0.7069	0.8912	1.079	1.261					
32	0.1700	..	0.2732	0.3848	0.4919	0.6965	0.8757	1.058	1.235					
33	..	..	0.2781	0.3845	0.4876	0.6869	0.8610	1.038	1.215					
34	..	..	0.2929	0.3897	0.4890	0.6803	0.8466	1.013	1.195					
35	..	..	0.3157	0.3954	0.4891	0.6746	0.8322	0.988	1.177					
36	..	..	0.3627	0.4052	0.4915	0.6703	0.8425	1.0103	1.177					

table 6-7 Supercompressibility factor  $Z$  for liquid nitrogen  $Z = pv/RT$

Temperature, °R.	Pressure, atm				
	Saturated liquid	5	10	20	40
120	0.001361	0.03173	0.05984	0.11944	0.23798
125	0.001732	0.02932	0.05823	0.11638	0.23140
130	0.002964	0.02843	0.05679	0.11332	0.22558
135	0.004369	0.02779	0.05550	0.11071	0.22029
140	0.005719	0.02722	0.05435	0.10840	0.21549
145	0.006841	0.02619	0.05331	0.10625	0.21124
150	0.010059	0.02626	0.05210	0.10445	0.20747
155	0.01299	0.02587	0.05163	0.10281	0.20404
160	0.01648	0.02553	0.05095	0.10142	0.20112
165	0.02065	0.02526	0.05036	0.10021	0.19846
170	0.02555	...	0.04992	0.09920	0.19624
175	0.03131	...	0.04961	0.09847	0.19440
180	0.03799	...	0.04940	0.09791	0.19301
185	0.04579	...	0.04937	0.09767	0.19194
190	0.05542	...	...	0.09773	0.19149
195	0.06524	...	...	0.09821	0.19154
200	0.07735	...	...	0.09917	0.19220
205	0.09156	...	...	0.10102	0.19357
210	0.10864	...	...	...	0.19613
215	0.13003	...	...	...	0.19999
220	0.15676	...	...	...	0.20653

For a particular fluid at a given pressure within the storage vessel, the liquid temperature  $T_l$  is known. The quantities  $m$ ,  $R$ ,  $A_c$ ,  $L$ , and  $V_0$  are fixed by the gauge design and therefore are known. The dead-volume temperature  $T_0$  may be assumed to be the same as ambient temperature. Once the pressure is measured by the gauge, the supercompressibility factors can be determined, and the liquid level can be calculated. A representative calibration curve for a thermodynamic liquid-level gauge for liquid hydrogen is shown in Fig. 6-37.

The initial charging pressure must be chosen in such a way as never to obtain a pressure within the gauge during operation which is less than that of the boiling liquid in the storage vessel. If the pressure in the gauge falls below the saturation pressure of the liquid in the storage vessel in which liquid level is to be measured, then no condensation of the gauge gas will take place, and the level indicator will not operate properly.

Since the supercompressibility factors depend upon the gauge pressure in a manner which cannot be expressed analytically, we cannot write an equation for the sensitivity of the thermodynamic liquid-level gauge. We can see, however, that the sensitivity can be improved by decreasing the ratio of dead volume to capillary volume,  $V_0/A_c L$ ; however,

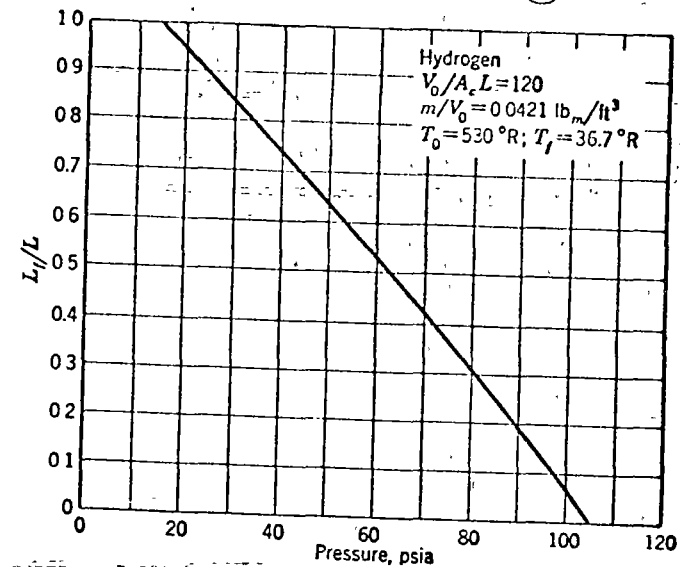


Fig. 6-37 Typical calibration curve for a thermodynamic liquid-level gauge for liquid hydrogen.

the pressure range from zero-level indication to full indication is correspondingly increased. Obviously, the gauge pressure cannot exceed the critical pressure of the gauge gas during operation; otherwise, we should get no condensation of the gas in the capillary tube.

**example 6-13** A thermodynamic liquid-level gauge for liquid hydrogen has a sensing-element length of 6 ft, a sensing-element cross-sectional area of 0.012 in.<sup>2</sup>, and a dead volume of 36 in.<sup>3</sup>. The temperature of the liquid to be gauged is 36°R, and the gas within the sensing element is at a mean temperature of 58°R. The temperature of the dead volume is 530°R. If the element is initially charged with  $2.40 \times 10^{-3}$  lb<sub>m</sub> of hydrogen gas, determine the liquid level when the pressure indicated by the gauge is 147 psia.

From Table 6-6, we find the supercompressibility factor for liquid hydrogen:  $Z_l = 0.1693$  at 36°R (20°K) and 10 atm. For the vapor in the capillary tube,  $Z_g = 0.608$  at 58°R (32.2°K) and 10 atm, and  $Z_0 = 1.005$  for the gas in the dead volume. The gas constant for hydrogen is 773 ft-lb<sub>f</sub>/lb<sub>m</sub>-°R; therefore, the liquid level can be determined from Eq. (6-70):

$$L_l = \frac{(2.40)(10^{-3})(773)(36)}{(0.012)(147)} - \frac{(36)(36)}{(1.005)(530)(0.012)(12)} - \frac{(6)(36)}{(0.608)(58)}$$

$$= \frac{1}{0.1693} - \frac{36}{(0.608)(58)}$$

$$= \frac{37.86 - 16.89 - 6.13}{5.90 - 1.02} = \frac{14.84}{4.88} = 3.04 \text{ ft}$$

59/62

## 6-23 Acoustic Liquid-level Gauges

When an acoustic pressure pulse traveling through a liquid reaches the liquid-vapor interface, a portion of the wave is reflected at the interface. Since the wave travels at a definite velocity (the sonic velocity), the time required for the pulse to travel from a source to the liquid level and back again gives a measure of the liquid level [24]. A schematic of such an acoustic liquid-level gauge is shown in Fig. 6-38.

The acoustic liquid-level gauge consists of a transmitter which transmits an electric pulse to a transducer which converts the electric pulse into an acoustic pulse. The transducer also acts to convert the reflected acoustic pulse back into an electric pulse, which is transmitted to a receiver. The time interval between the transmitted pulse signal and the echo signal is converted in a read-out device to a liquid-level reading. A thin-walled still well is often used in connection with the acoustic gauge to eliminate the turbulence present if the fluid is boiling very violently. Most of the vapor bubbles in the liquid must be eliminated from the path of the acoustic wave by slightly pressurizing the container before a liquid-level reading is made, since the vapor bubbles will scatter the acoustic wave and produce an erroneous level reading.

The acoustic velocity in any fluid is given by

$$v_a = \left( \frac{B_s}{\rho} \right)^{1/2} \quad (6-71)$$

where  $B_s$  is the adiabatic bulk modulus of the fluid and  $\rho$  is the fluid density.

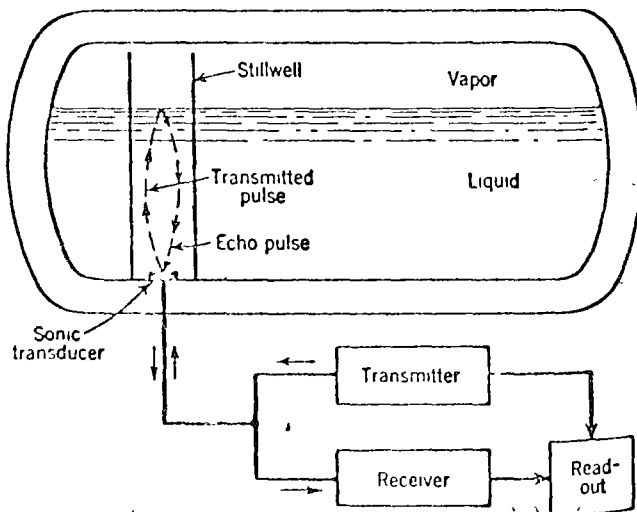


Fig. 6-38 Acoustic liquid-level gauge.

The total time required for the acoustic wave to travel from the transducer to the liquid surface and back again is given by

$$\Delta\tau = 2 \int_0^{L_f} \frac{dL}{v_a} = 2 \int_0^{L_f} \left( \frac{\rho}{B_s} \right)^{1/2} dL \quad (6-72)$$

If the temperature of the liquid is constant so that the adiabatic bulk modulus and fluid density remain constant, then Eq. (6-72) may be integrated to yield

$$\Delta\tau = 2 \left( \frac{\rho}{B_s} \right)^{1/2} L_f \quad (6-73)$$

Solving for the liquid level, we obtain

$$L_f = \frac{1}{2} \left( \frac{B_s}{\rho} \right)^{1/2} \Delta\tau \quad (6-74)$$

Temperature gradients in the liquid are usually negligible for the more dense cryogenic fluids such as liquid nitrogen, oxygen, and argon; however, stratification can occur in stationary vessels for liquid hydrogen and liquid helium. The temperature of the liquid at the liquid-vapor interface is higher than the temperature of the bulk liquid. In the absence of conduction, this temperature arrangement is a stable condition, since the warmer liquid is less dense than the colder liquid. If extreme accuracy is desired in an acoustic-gauge measurement, a more elaborate liquid-level arrangement can be used to take the acoustic-velocity variation into consideration, as shown in Fig. 6-39. Auxiliary acoustic transducers are located along the main acoustic wave path. These transducers send a sonic pulse perpendicularly to the main pulse. The auxiliary pulses travel over a precisely determined distance and back again. The time required for these auxiliary pulses to make their transit yields the acoustic velocity at the level of the auxiliary transducer, that is,  $v_a = 2L_0 \Delta\tau_0$ . This information can be fed into a computer along with the time for the main pulse transit, and the computer can perform the integration indicated by Eq. (6-72) to determine the liquid level. The problem of stratification can be reduced, however, by placing several vertical copper or aluminum rods in the storage vessel to equalize the liquid temperature.

One disadvantage of the acoustic liquid-level gauge is that the transducer used in connection with the level determination introduces energy into the cryogenic fluid. In some cases, this results in only a small additional boil-off, which is objectionable but not too serious. On the other hand, if the energy introduced is large enough to detonate the fluid, as in the case of liquid propanes, the energy is more than objectionable. By ensuring that the power level of the transducer is maintained well below the detonation level of the fluid, an acoustic liquid-level gauge can

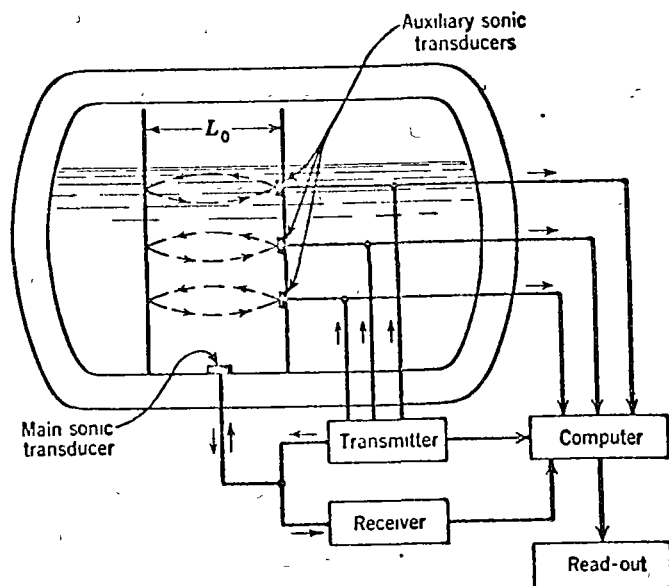


Fig. 6-39 Acoustic liquid-level gauge with auxiliary gauges to correct for temperature variations in the fluid.

be used in connection with the explosive liquids as well as the nonexplosive ones.

**example 6-14** In a liquid-hydrogen storage vessel, assume that stratification results in a linear temperature gradient in the fluid between 33 and 38°R. An acoustic liquid-level gauge is used to determine the liquid level. The time required for a sonic pulse to make one traverse from the bottom of the container to the liquid level and back to the bottom is 0.0020 sec. Determine the liquid level. Compare this answer with the one obtained if a constant temperature of 33°R were assumed to exist in the vessel.

For liquid hydrogen, the sonic velocity is tabulated below as a function of temperature.

$L/L_f$	$T_f, ^\circ R$	$v_a, fps$	$1/v_a, sec/ft$
0.0	33	4090	$2.41 \times 10^{-4}$
0.2	34	4050	$2.47 \times 10^{-4}$
0.4	35	4000	$2.50 \times 10^{-4}$
0.6	36	3940	$2.54 \times 10^{-4}$
0.8	37	3870	$2.58 \times 10^{-4}$
1.0	38	3720	$2.69 \times 10^{-4}$

The liquid level can be determined from Eq. (6-72). In this case, we can perform the integration numerically by the trapezoidal rule, as follows:

$$\Delta\tau = 2 \int_0^{L_f} \frac{dL_f}{v_a} = 2L_f \int_0^1 \frac{d(L_f/L_f)}{v_a} \doteq 2L_f \sum \frac{\Delta(L_f/L_f)}{(v_a)_{av}}$$

From the preceding table, we see that the increments of  $L_f/L_f$  are  $\Delta(L_f/L_f) = 0.2$ . Carrying out the summation,

$$\begin{aligned} \Delta\tau &= (2L_f) (0.2) (2.155 + 2.485 + 2.520 + 2.560 + 2.635) (10^{-4}) \\ &= (2L_f) (0.2) (12.655) (10^{-4}) = 5.062 \times 10^{-4} L_f \doteq 0.002 \text{ sec} \end{aligned}$$

Therefore,

$$L_f = \frac{0.002}{(5.062) (10^{-4})} = 3.95 \text{ ft}$$

If we assume a constant temperature of 33°R and a constant acoustic velocity of 1090 fps, the liquid-level indication will be

$$L_f = \frac{1}{2} v_a \Delta\tau = (0.5) (1090) (0.002) = 4.09 \text{ ft}$$

The error made in assuming constant temperature in this case is

$$\text{Error} = \frac{4.09 - 3.95}{3.95} = 3.5\%$$

## PROBLEMS

- 6-1 A toluene-in-glass thermometer indicates a temperature of  $-150^\circ F$  with  $60^\circ$  of the stem at an average temperature of  $-40^\circ F$ . Determine the correct temperature of the region into which the thermometer is placed.
- 6-2 The electric resistance of a platinum wire is found to be 5 500 ohms at the ice point, 7.624 ohms at the steam point, 14.411 ohms at the sulfur point, and 1.625 ohms at the oxygen point. Determine the constants  $R_0$ ,  $A$ ,  $B$ , and  $C$  in the resistance function given by Eq. (6-4). Using these constants, determine the electric resistance of the wire at  $200.00^\circ R$  ( $-162.04^\circ C$ ).
- 6-3 A platinum resistance thermometer yields a resistance reading of 50.00 ohms at a certain temperature. If the electric resistance of the thermometer at  $0^\circ C$  is 100.00 ohms and the constants  $A$ ,  $B$ , and  $C$  are the same as those given after Eq. (6-6), determine the corresponding temperature indication of the thermometer. Determine the sensitivity  $dR_t/dT$  for the thermometer at this temperature.
- 6-4 A carbon resistance thermometer has a calibration curve given by Eq. (6-7) with the following values for the constants:  $A = -0.95$  and  $B = +0.12$  for  $T$  in degrees Rankine and  $R_t$  in ohms. Determine the temperature indication for a thermometer resistance of 5000 ohms. Determine the sensitivity of the thermometer at this temperature.
- 6-5 A constant-volume gas thermometer using helium gas as the working medium is calibrated at the ice point,  $491.67^\circ R$ . At this point, the pressure indication of the thermometer is 10 psia. Determine the temperature measurement when the pressure indication is 3.50 psia. Neglect dead-volume and imperfect-gas corrections.
- 6-6 Determine the temperature indication for the thermometer given in Prob. 6-5 if

VII.- BIBLIOGRAFIA

- 1.- SCOTT, B.R.- CRIOGENIC ENGINEERING.- D.Van Nostrand Company, Inc., (1959), U.S.A.

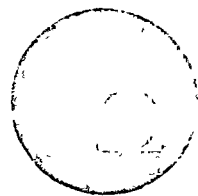
(Un libro excelente por la sencillez con que describe los procesos criogénicos e insuperable en lo que respecta a instrumentación sobre temperatura ya que el autor trabajó en el Natural Bureau of Standards).

- 2.- BARRON, R.- CRIO GENIC SYSTEMS.- McGraw-Hill Series in Mechanical Engeneering, McGraw-Hill Book Co., (1966), U.S.A.

(Un libro que complementa mucho al anterior por ser más moderno y además, por ser más teórico. Trae más aplicaciones de los sistemas criogénicos)



centro de educación continua  
facultad de ingeniería, unam



INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO DE  
PLANTAS SIDERURGICAS

PIROMETRIA II

ING. LUIS R. OLIMON G.

PIROMETRIA II.

1. TERMO ELECTRICIDAD, POR TERMICO.
2. EFECTO PELTIER, EFECTO THOMSON.
3. PODER TERMoeLECTRICO.
4. COMBINACIONES PARA TERMOPARES.
5. SELECCION DE LOS TERMOPARES.
6. RESUMEN.
7. TABLA 1 CODIGO DE COLORES.
8. TABLA 2 LIMITES DE ERROR.
9. TABLA 3 LIMITES DE TEMPERATURA.
10. TABLA 4 REPORTE DE TOLERANCIAS.

ING. LUIS R. OLIMON G.



## PIROMETRIA

### 1) TERMO - ELECTRICIDAD

PAR TERMICO, en 1821, al realizar experimentos para determinar la diferencia de potencial entre dos metales diferentes en contacto directo, Seebeck observó que Si se forma un circuito cerrado empalmando dos alambres de distintos materiales por sus dos extremos y se calienta una de las uniones mientras la otra se mantiene a la temperatura ambiente, se produce en el circuito una corriente.

(Seebeck, trabajando con la Ley de VOLTA "Electrización por Contacto", esto es colocando metales en contacto uno a continuación de otro, formando un circuito cerrado, la diferencia de potencial entre dos de ellos, es igual a la suma algebraica de la diferencia de potencial entre la diferencia de potencial entre cada uno de ellos y el tercero conocido esto como "Serie de Volta".

La diferencia de potencial de contacto entre metales y líquidos o entre líquidos, responden a diferentes leyes que las que rigen la electrización por contacto entre metales).

Así si dos hilos de cobre se conectan a los bornes de un galvanómetro por un extremo, y por el otro se unen mediante un pedazo de alambre de hierro, al calentar una de las uniones del cobre/hierro, podrá comprobarse el paso de una corriente a través del instrumento, por lo que desviará la aguja del mismo. El sentido de la corriente en el alambre de hierro es desde la junta caliente hacia la fría. La corriente así obtenida se llama CORRIENTE TERMoeLECTRICA, Fig. No. 1.

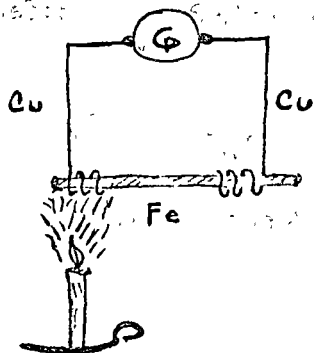


Figura No. 1.

## PIROMETRIA

Si se eleva gradualmente la temperatura de la junta caliente mientras se mantiene constante la de la junta fría, la corriente en el circuito aumenta hasta alcanzar un valor máximo a partir del cual empieza a disminuir y se anula, para una temperatura tal que la diferencia entre (la temperatura que corresponde a la corriente máxima y la de la citada junta fría.)  $\frac{1}{2}$  ESTA Y LA DE LA UNIÓN FRÍA ES IGUAL AL DOBLE DE LA DIFERENCIA ENTRE (CONTINUA) LA TEMPERATURA

La temperatura de máxima producción de corriente corresponde al PUNTO NEUTRO de los dos metales de que se trate. El sentido de la corriente se invierte para temperaturas superiores a la de corriente nula, por lo cual se llama a ésta TEMPERATURA DE INVERSION.

### 2. EFFECTO PELTIER, EFFECTO THOMSON.

En todo circuito termoeléctrico cuyas juntas se mantengan a diferente temperatura se produce una corriente que, según la Ley de JOULE, desarrolla una determinada cantidad de calor a expensas de la energía eléctrica obtenida. Al analizar esta cuestión se presenta el problema de explicar como se produce la energía necesaria para mantener la corriente en el circuito termoeléctrico.

El descubrimiento de PELTIER, hecho en el año de 1834, vino a aclarar el asunto, pues dió a conocer que cuando una corriente atraviesa una junta termoeléctrica, de dos metales diferentes - hay producción o absorción, de calor según el sentido de la corriente. Este fenómeno conocido con el nombre de EFFECTO PELTIER, difiere del efecto JOULE en que, mientras este último es proporcional al cuadrado de la intensidad ( $I^2$ ) de la corriente e independientemente de su sentido, el calor desarrollado por el efecto PELTIER es proporcional a la primera potencia de la intensidad y varía según sea el sentido de la corriente (hierro, etc.) .

La f.e.m. del circuito es proporcional a la diferencia entre las temperaturas de las juntas.

$$E = (T_2 - T_1) P_1/T_1$$

$T_1$  es constante.

Sin embargo, es sabido que el aumento de la temperatura de la junta caliente produce un aumento de f.e.m. hasta un valor máximo a partir del cual disminuye y llega a anularse para una temperatura tal que su diferencia con la neutra es igual a la diferencia entre ésta y la de la junta fría. De estas consideraciones dedujo LORD KELVIN que en un circuito termo eléctrico deben producirse efectos térmicos reversibles, además del efecto PELTIER.

En los experimentos de LORD KELVIN (1851 - 1854), encaminados a descubrir los efectos reversibles sospechados, encontró que cuando una corriente pasa por un alambre cuya temperatura no es uniforme en toda su longitud desarrolla calor o lo absorbe según su sentido. Como es natural, el calor desprendido es independientemente del que resulte del efecto JOULE. El sentido de la corriente que produce uno u otro efecto, depende de la naturaleza del metal. Para el cobre hay absorción de calor cuando la corriente pasa en el sentido de la temperatura creciente; en el hierro el efecto es inverso. En todos los casos la inversión de la corriente produce la inversión del efecto. Este efecto térmico de la corriente que pasa por el conductor a temperatura no uniforme se le conoce con el nombre de EFFECTO THOMSON.

#### EXTRACTO

En un circuito cerrado constituido por un alambre de un solo metal, no desarrolla f.e.m. alguna, no obstante existan diferencias de temperatura en cualquier punto del circuito.

Si se corta un circuito termo eléctrico en una de sus juntas y se intercala un metal diferente, la f.e.m. del circuito no tendrá variación alguna; siempre y cuando las uniones con el metal diferente se encuentren a la misma temperatura.

### 3. PODER TERMO-ELECTRICO

Eligiendo un metal como base para un sentido comparativo de las propiedades termo-eléctricas, de diferentes metales y formando circuitos con alambres del metal elegido y cada uno de los demás, pueden determinarse las diferencias de potencial o fuerza electromotriz (f.e.m.), entre las juntas cuando uno de ellos se mantiene a 0°C., y se eleva la temperatura de la otra gradualmente (el metal base fijo es el plomo), la variación de la f.e.m., con la temperatura para cada metal puede ser representado como curva o como una tabla.

## TERMOPAR

Para efectuar mediciones de temperatura eléctricamente, el Termopar es usado más frecuentemente como elemento primario de medición. El Termopar no es más que un termopar, pero así se le nombra comúnmente, como vimos anteriormente; un Termopar lo componen dos alambres de metal disímiles unidos entre sí, ya sea torciéndolos, comprimiéndolos, soldándolos, etc. Para formar una junta de medición o "Junta Caliente", por uno de los lados, las terminales opuestas de los alambres del Termopar se conectan a un instrumento que medirá la f.e.m. desarrollada por el cople, estas dos conexiones deberán estar siempre y cerradamente una con la otra para que estén siempre a la misma temperatura y no sea errónea la lectura; ambas forman lo que se llama Junta de Referencia o "Junta Fría" del Termopar.

## ALAMBRE DE EXTENSION

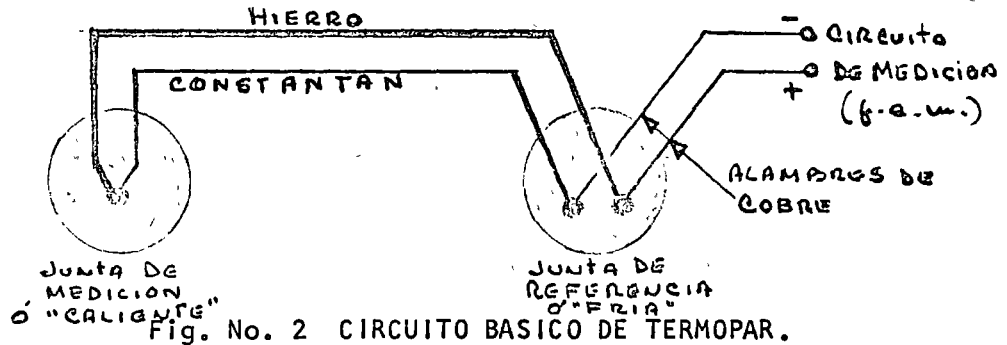
Cuando se desea efectuar mediciones de temperatura a distancia o telemediciones y proveer la compensación de la junta fría que por lo regular se localiza en el instrumento de medición - como veremos más adelante - es necesario el uso de alambres o cables de extensión o "Compensado" para interconectar el Termopar a las terminales del instrumento y en este mismo internamente para llegar al circuito de medición en sí, estos alambres deben por otra parte tener las características termo-eléctricas similares a las del Termopar, usualmente este alambre de extensión esta compuesto del mismo material que los alambres del cople, y en algunos casos, pueden ser estos de diferente composición pero se repite - de propiedades térmicas similares - .

Los Termopares estan normalizados y apareados de acuerdo con las características establecidas de Milivoltios/Temperatura, en tablas basadas en unidades de f.e.m. y las escalas internacionales (SI) de temperatura, que han sido desarrolladas, tabuladas y publicadas por algunos países a través de sus departamentos de Normas, tales como:

Por el NBS de los E.U.A.  
Por la JSI del Japón.  
Por la BSC de Inglaterra.  
Por la DIN de Alemania.

Como "Tablas de Conversión para Termopares".

La Fig. No. 2 contiene un arreglo diagramado para la medición de la temperatura por medio de un Termopar compuesto de hierro y constantan (una aleación de cobre/niquel), como se ve alambres ordinarios de cobre son usados para conectar el circuito de medición de f.e.m., a los alambres del Termopar. El resultado es, dos conexiones adicionales de metales disimiles, una conexión de hierro/Cobre y otra conexión constantan/cobre.



#### 4. COMBINACIONES PARA TERMOPARES

Las combinaciones más comúnmente usadas para manufacturar Termopares hasta la fecha, cuya modificación ha sido desarrollada a través de las prácticas y comités de algunas sociedades se dan en la Tabla No. 1

NOTA	TIPO CODIFICACION*			METAL BASE	METALES NOBLES
	ISA	JIS	BS		
1	J	IC	1829	Hierro - Constantan	
2	K	CA	1827	Cromel - Alumení	
	T	CC	1828	Cobre - Constantan	
	E	CrC		Cromel - Constantan	
	S				Platino 10% Rodio-Platino
	R	PR	1826		Platino 13% Rodio-Platino
3	B				Platino 30% Rodio-Platino - 6% Platino.
	V				Iridio 60% Rodio-Iridio
4	AA				Tungesteno, Tungesteno-26% Renio
4	AE				Tungesteno, 5%Renio - Tungesteno, 26% Renio
4	RD				Tungesteno, 3% Renio-Tungesteno 25% Renio

\* DIN = No. - 43710 PARA TODOS

NOTAS:

- 1.- Instruments Society of America
- 2.- Marca Registrada por Hosking, Co. E.U.A.
- 3.- Designados y Aprobados por el NBS de E.U.A. Recientemente.
- 4.- Tentativas para Codificarlos por la I.S.A. E.U.A.
- 5.- Japanese Industrial Standard.
- 1.- BRITISH STANDARD.

5. SELECCION DE LOS TERMOPARES

Tipo J, (Hierro - Constantan) este Termopar se usa para propósitos generales en la gama de  $-192 \div 871^{\circ}\text{C}$ . Posee alta uniformidad de sensibilidad a los cambios de tem/Temperatura, por lo que está generalizado en la industria; de precio comparativo bajo.

Ideal para servicios continuos a  $871^{\circ}\text{C}$ . en atmósferas neutras o de reducción. Las restricciones son: La máxima temperatura en atmósferas oxidantes es de  $760^{\circ}\text{C}$ . debido a que el hierro se oxida. Debe usarse tubo protector de los  $482^{\circ}\text{C}$ . para arriba y en medios contaminantes debe usarse siempre tubo protector.

Tipo K (Chromel - Alumel) este Termopar es muy común usarlo en gamas de  $760 \div 1260^{\circ}\text{C}$  y su gama de servicio es de  $0 \div 1371^{\circ}\text{C}$ . ideal para atmósferas oxidantes con exes de oxígeno libre en altas temperaturas provee más rigidez mecánica y térmica que el platino y más larga vida que el tipo J; de costo moderado.

Es especialmente vulnerable en atmósferas de reducción requiriendo sustancial protección, su temperatura máxima de operación esta determinada por el calibre del alambre.

Tipo T. (Cobre - Constantan) gama de operación -  $192 \div 371^{\circ}\text{C}.$ , se generaliza para ser usado en generadores de aire y ventilación, es resistente a las atmósferas corrosivas, se aplica en reducción - oxidación. Por abajo de  $316^{\circ}\text{C}.$  tiene estabilidad para proporcionar temperaturas de subcero, no siendo corroído a esas temperaturas. Recordando que el cobre se empieza a oxidar a los  $316^{\circ}\text{C}.$

Tipo E (Cromel - Constantan) Gama de operación -  $104 \div 871^{\circ}\text{C}.$  y posee una entrega de milivoltios altamente estable con bastante sensibilidad o sea alto poder termoeléctrico, se usan especialmente en gamas cortas y para indicaciones de diferencial de temperatura. Ambos elementos son resistentes a corrosiones altas y se usa en atmósferas oxidantes. No corroiendose a temperaturas de subcero. Lo restringe el hecho de no tener estabilidad en atmósferas de reducción.

Tipos S, R y B. (Platino 10%, Rodio - Platino. Platino 13%, Rodio - Platino. Platino 30%, Rodio - Platino, 6% Rodio). En general las aplicaciones de los termopares manufacturados con metales nobles, son para ser expuestos en atmósferas o en fluidos de presión ordinaria de 2<sup>#</sup>.

Específicamente estos termopares se usan cuando se requiere exactitud en altas temperaturas con atmósferas oxidantes.

Tipo S, R. Gama de operación -  $0 \div 1538^{\circ}\text{C}.$  usado en atmósferas oxidantes, provee el uso de mas alta gama de operación que el tipo K, es mas frecuentemente usado que los pirómetros de contacto. El tipo R utiliza para su construcción alambres de grado especial para termopares de precisión se utiliza el tipo S, esto es cuando se requiere alta exactitud por lo que son usados por los laboratorios de normas, ya que se pueden obtener con certificado de calibración y pruebas. Por otra parte los restringe el hecho de que son fácilmente contaminados en otras atmósferas.

Tipo B Gama de operación  $871 \div 1704^{\circ}\text{C}$ . este termopar tiene mejor estabilidad que los tipos R y S, ya que resisten mas las fatigas mecánicas. No requiere junta de compensación si ésta no está expuesta a mayor temperatura que  $65^{\circ}\text{C}$ . Este termopar no se puede obtener en grado premium, sólo normal en los límites de alta temperatura se requiere el uso de aisladores de alumina y tubos protectores. Es fácilmente contaminado por otras atmósferas que no sea la oxidante.

LOS TIPOS V, AA, AE, Y AO, SE ESTAN PROBADANDO EN TEMPERATURAS DE  $2050$  a  $2310^{\circ}\text{C}$ , CON CALIBRES  $\geq 4$  AWG.

## 6. RESUMEN

Comúnmente todos los termopares usados en las corrientes de los procesos industriales necesitan de un tubo o pozo de protección que provee a la protección del elemento primario de medición. Esto se hace con el doble propósito; para protegerlo de los esfuerzos mecánicos que lo pueden dañar y para interponer un blindaje entre el elemento y el medio ambiente que lo rodee. Estos termopozos se construyen de diferentes materiales, formas y dimensiones, de acuerdo con las necesidades que existan o de los requerimientos necesarios de igual manera sucede con su instalación.

En realidad los termopares juegan un factor importante en la medición de la temperatura, todo depende de su buena selección y aplicación, teniendo en cuenta el calibre del alambre, el alambre de extensión, su bloque de conexiones y su instalación ya que de esto dependerá la exactitud con que se desee medir la temperatura en un proceso, ya sea en el campo de la investigación, la manufactura, la ingeniería y en el control de calidad. Por lo tanto debe tenerse en cuenta los siguientes factores.

Máxima temperatura de operación.

Presión y velocidad de la corriente del proceso.

Medio ambiente del proceso, químico, oxidante, reducción, corrosivo, o neutro.

Tiempo de respuesta adecuada.

Fatigas termales y mecánicas.

En las prácticas actuales para medir la f.e.m. gerada por los termopares se utilizan como elementos secundarios instrumentos tales como milivóltmetros; y potenciómetros, estos con escalas en términos de temperatura, comúnmente conocidos como pirómetros a termopar. Que pueden ser indicadores, registradores, de un punto, multipunto, diferenciales, etc.



Estos instrumentos se pueden combinar con otros, y con elementos y componentes de control, pudiendo ser estos mecánicos, neumáticos, eléctricos o electrónicos y con varios modos para lograr el control automático.

TABLA No. 1

CODIGO DE COLORES SEGUN I.S.A.			
MATERIAL DEL TERMO PAR	COLOR DEL AISLAMIENTO		AISLAMIENTO EXTERIOR
	POSITIVO (+)	NEGATIVO (-)	
ALAMBRE PARA TERMO PAR:			
J	HIERRO (BLANCO)	CONST. (ROJO)	CAFE
K	CHROMEL (AMAR.)	ALUMEL (ROJO)	CAFE
T	COBRE (AZUL)	CONST. (ROJO)	CAFE
E	CHROMEL (PURP.)	CONST. (ROJO)	CAFE
ALAMBRE PARA EXTENSION DUPLEX:			
R y S	COBRE (NEGRO)	ALE. #11 (ROJO)	VERDE
J	HIERRO (BLANCO)	CONST. (ROJO)	NEGRO
K	CHROMEL (AMAR.)	ALUMEL (ROJO)	AMARILLO
T	COBRE (AZUL)	CONST. (ROJO)	AZUL
E	CHROMEL (PURP.)	CONST. (ROJO)	PURPURA
ALAMBRE PARA EXTENSION UN SOLO CONDUCTOR:			
R y S	COBRE (NEGRO)	ALEA. #11 (ROJO, TRAZAS NEGRO)	—
B	COBRE (—)	COBRE (—)	—
J	HIERRO (BLANCO)	CONST. (ROJO, TRAZAS BLANCO)	—
K	CHROMEL (AMAR.)	ALUMEL (ROJO, TRAZAS AMARILLO)	—
T	COBRE (AZUL)	CONST. (ROJO, TRAZAS AZUL)	—

TABLA No. 2  
LIMITE DE ERROR

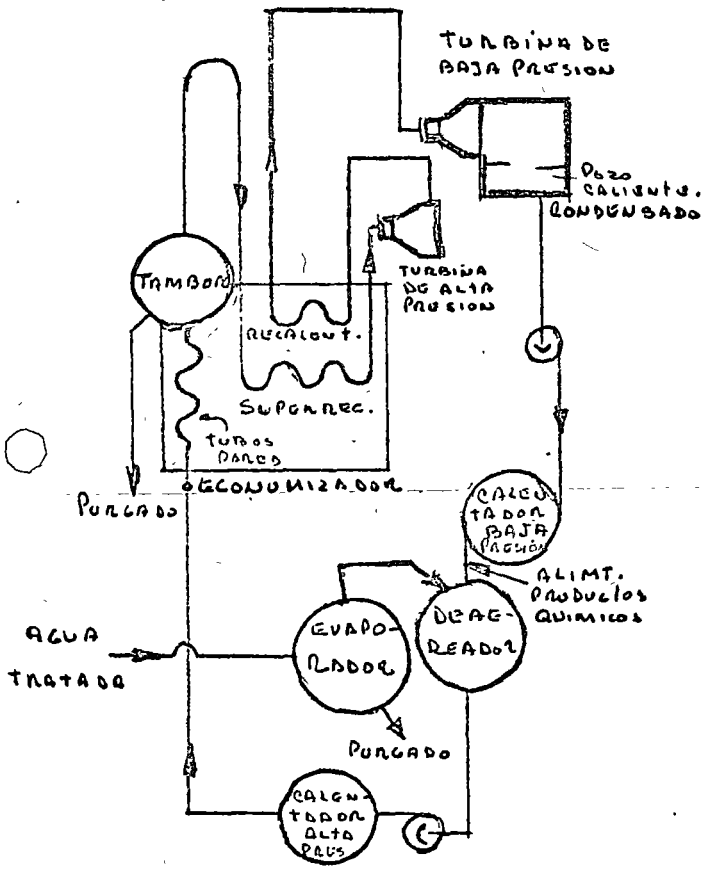
TIPO	TERMO PAR	GAMA EN °C TEMPERATURA		LIMITE DE ERROR*	
				NORMAL	ESPECIAL
B	70% Pt, 30% Rh - 94% Pt 6% Rh	871	1704	± 1/2 %	— —
R	87% Pt, 13% Rh - 100% Pt	0 - 538 0 - 1538		± 2.5°C ± 0.5 %	± 1°C ± 0.25 %
S	90% Pt, 10% Rh - 100% Pt	0 - 538 0 - 1538		± 2.0°C ± 0.5 %	± 1°C ± 0.25 %
T	100% Cu - 60% Cu, 40% Ni. (CALIBRACION 1938)	(-)184 - (-)59 (-)101 - (-)59 (-)59 - 93 93 - 371		— — ± 2 % ± 1 1/2 % ± 1/4 %	± 1 % ± 1 % ± 1/4 % ± 3/8 %
J	100% Fe - 60% Cu, 40% Ni	(-)190 - (-)73 (-)73 - 316 316 - 427 427 - 760		— — ± 2 °C ± 2 °C ± 1/2 %	± 2 % ± 1 °C ± 1 °C ± 1/3 %
K (NiCr-Ni, DIN)	90% Ni, 10% Cr - 94% Ni, 2 AL, ± Si, MN, ETC.	0 - 277 277 - 1260		± 2 °C ± 3/4 %	± 1 °C ± 3/8 %
E	90% Ni, 10% Cr - 60% Cu, 40% Ni	0 - 316 316 - 871		± 1.5 °C ± 1/2 %	± 1 °C ± 3/8 %

ESTA TABLA ESTA BASADA EN UNIDADES ABSOLUTAS DE F. e m.  
Y LA ESCALA INTERNACIONAL DE TEMPERATURA DE 1933 (NBS)

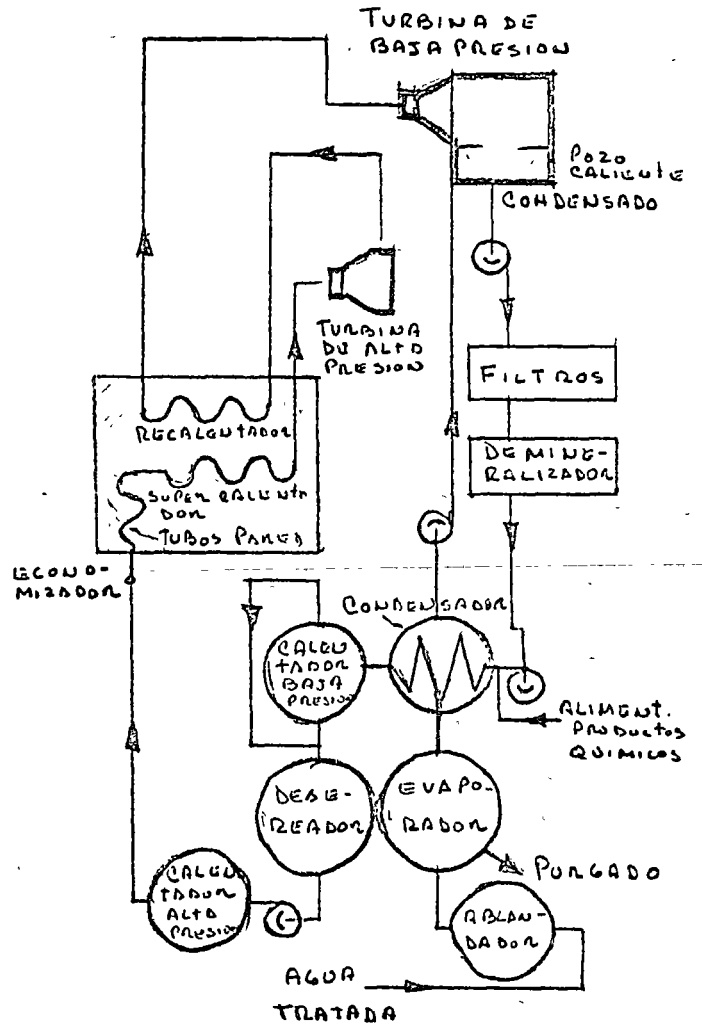
\* CUANDO SE EXPRESA COMO UN PORCIENTO, EL LIMITE ES UN POR-  
CENTAJE DE LA TEMPERATURA LEIDA, NO ASI EL DE LA GAMA.

TABLA No. 2  
LIMITE DE ERROR

# PLANTAS DE VAPOR Y FUERZA



SISTEMA BASICO  
"TAMBOR"

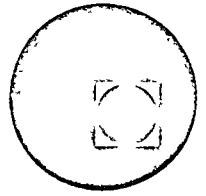


SISTEMA BASICO  
"ATRAVEZ DE"





centro de educación continua  
facultad de ingeniería, unam



INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO  
DE PLANTAS SIDERURGICAS

ENTREGADO

PLANTAS DE VAPOR Y FUERZA

ING. LUIS R. OLIMON G.

PLANTAS DE VAPOR Y FUERZA

I N D I C E

1. GENERALIDADES
2. CONTROL POSICIONADOR
3. CONTROL DE MEDICIONES
4. PRACTICA

Ing. Luis R. Olimón G.

## PLANTAS DE VAPOR Y FUERZA

### 1. GENERALIDADES

Día a día la industria demanda mas el uso de vapor y corriente eléctrica, estas plantas de acuerdo con los requerimientos establecidos, y los parámetros para el sistema ideal deben ser; p.e., consumo mínimo de combustible, alta estabilidad y óptima seguridad de operación.

Sus sistemas de control estan alimentados por la información de: aire, agua de alimentación, vapor de salida y combustible, pudiendo ser este último, carbón, aceite gas o cualquier otro de tipo fósil. -

Por la salida del turbo generador, las temperaturas y presión del recalentador y del super calentador de la caldera ya sea esta del tipo de "TAMBOR" o "A través de".

En adición sobre de todo, es el control para mantener una apropiada relación de aire/combustible dentro de una amplia gama de carga.

La calidad del agua ya fue discutida en pláticas anteriores, por lo que veremos algunos sistemas de control más generalizados.

### 2. CONTROL POSICIONADOR

En operación paralelo este sistema es económico y eficiente para controlar pequeñas calderas que pueden estar diseñadas para uno o más combustibles. Este incorpora un control de presión que transmite una señal de demanda a la válvula de control del combustible, y un relevador de relación aire/combustible, posiciona las compuertas en el soplador de tiro forzado de aire.

- Excepcional estabilidad - son las características de este sistema, la estabilidad reside en la simplicidad y en los componentes utilizados, Fig. 1.

3. CONTROL DE MEDICIONES

En operación paralela por exactitud, reposición rápida y seguridad, este sistema provee la medición del flujo de aire y el flujo del combustible, y son mantenidas a un valor deseado de relación. Su relación de reposición obtenida esta dentro de una gama de 11 a 1, comparado con 6 a 1 del sistema anterior. Las ventajas de seguridad son: que incluyendo un dispositivo de corte rápido del combustible si el soplador de aire falla.- cuenta con un dispositivo modulador por si aumenta ó disminuye la carga, fig. 2.

4. PRACTICA

Otro sistema más completo para calderas mayores es el que nos referiremos a partir de las siguientes variables:

Temperaturas del Hogar

Para regular el flujo de combustible.

Flujo Aire/Combustible

Medirlos y relacionarlos, como punto de control el análisis de O<sub>2</sub> ó CO<sub>2</sub>, de los gases de salida en la chimenea, controlando el flujo de aire forzado.

Presión del Hogar

Medir la presión en el hogar y controlar la posición de las compuertas del tiro.

Análisis Gases salida

Analizar O<sub>2</sub> o CO<sub>2</sub> como se dijo antes, para que sirva como punto de control de la relación Aire/Combustible para obtener una máxima eficiencia de combustión mantenida.



# CONTROLES SUPERVISORES DE COMBUSTION

## I N D I C E

1. SEGURIDAD DE LA COMBUSTION
- 1.1 OBJETIVO.
2. GENERALIDADES
3. SISTEMAS
4. NECESIDADES
5. COMPONENTES
6. SENSORES
7. DIAGRAMA TIPICO DE UN SISTEMA DE PROTECCION DE COMBUSTION.

Ing. Luis R. Olimón G.

## CONTROLES SUPERVISORES DE COMBUSTION

### 1. SEGURIDAD DE LA COMBUSTION

#### 1.1 OBJETIVO

Algunas de las más comunes causas para crear situaciones de explosión en una caldera son:

- \* Flama del quemador apagada, con la válvula de combustible subsecuentemente abierta, y el hogar caliente.
- \* Fugas a través del puerto de la válvula durante los períodos de "FUERA QUEMADOR".
- \* Mezcla de la relación aire/combustible impropia.
- \* Secuencia impropia durante el "ENCENDIDO DEL QUEMADOR" o "FUERA QUEMADOR", del sistema de combustión.

### 2. GENERALIDADES

Con objeto de cumplir con el requerimiento establecido "Optima seguridad de operación", se han desarrollado sistemas de protección electrónicas, con el fin de supervisar la combustión desde su inicio hasta su obtención.

Existen varios fabricantes de estos dispositivos y cada uno de ellos ha desarrollado su propio sistema, unos mas sencillos, otros mas sofisticados, pero todos ellos aprobados como seguros, dependiendo en sí de las necesidades que se requieran según sea el caso.

### 3. SISTEMAS

Las partes que componen un sistema de protección de combustión generalmente son las siguientes:

4. NECESIDADES

1. Corte automático si la flama falla.
2. Cualquiera, arranque seguro supervisando los componentes, ó supervisión continua dependiendo del uso específico.
3. Ignición eléctrica, puesta en marcha a través de un interruptor/pulsador.
4. Supervisión de la flama del piloto y flama principal. (algunas veces la flama del piloto es constante).
5. Control automático de tiempo de purga.

5. COMPONENTES

- \* Sensor de flama.
- \* Relevadores, temporizadores y programadores automáticos, solenoides, etc.
- \* Dispositivos auxiliares (transformador para ignición, interruptores, alarmas, etc.).
- \* Elementos finales para control.

Los componentes enumerados pueden en algunos arreglos del sistema, combinarse con otros instrumentos tales como indicadores de temperatura, controladores de presión, etc.

6. SENSORES

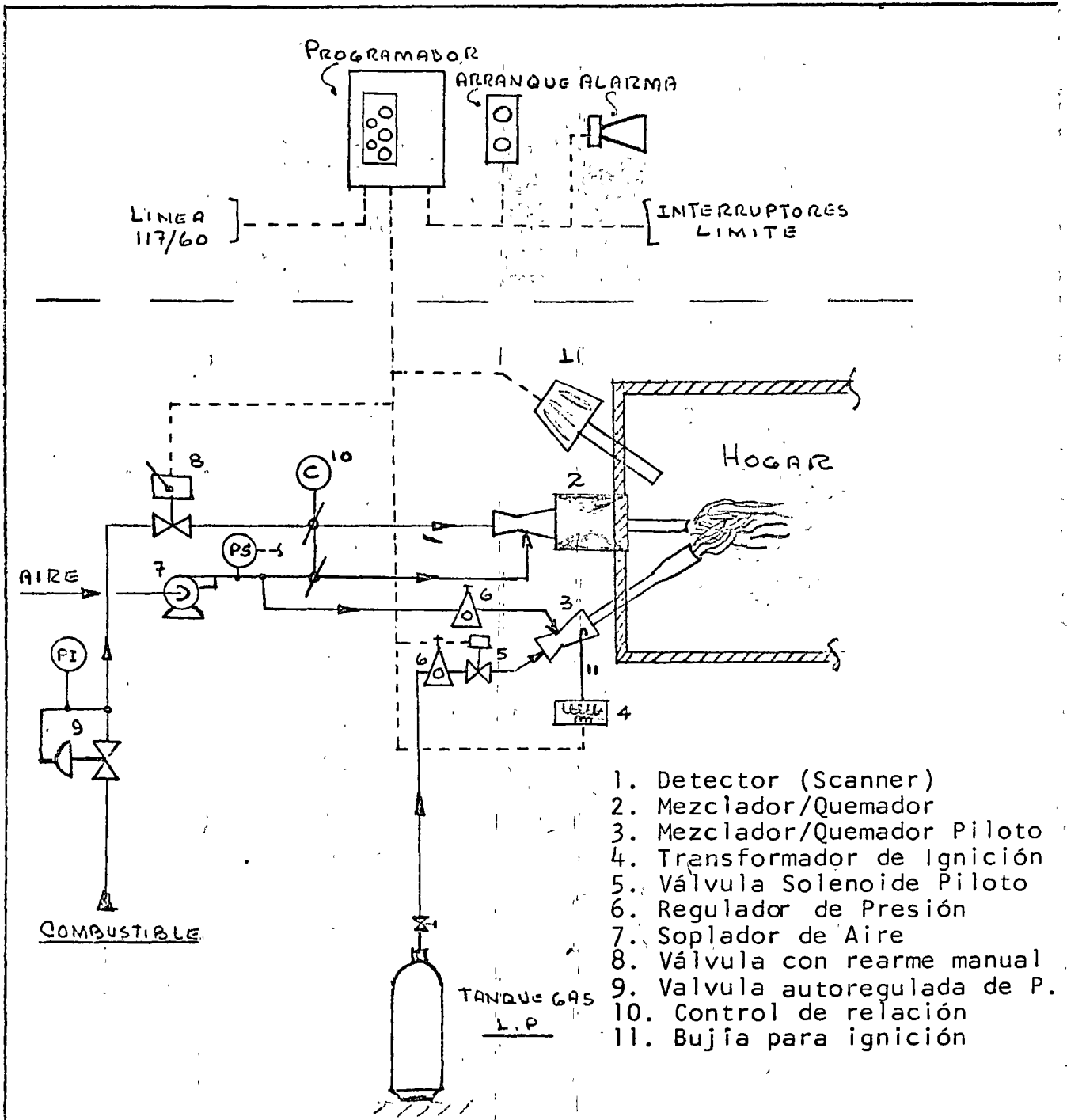
Los sensores para la flama del piloto y la flama principal, son de varios tipos entre los que se cuentan los siguientes:

- \* Celdas fotoeléctricas
  - \* Celdas ultravioletas
  - \* Celdas de plomo-sulfito
  - \* Vástago de flama\*
1. Detector (Scanner)
  2. Mezclador/quemador principal
  3. Mezclador/quemador piloto
  4. Transformador de ignición.

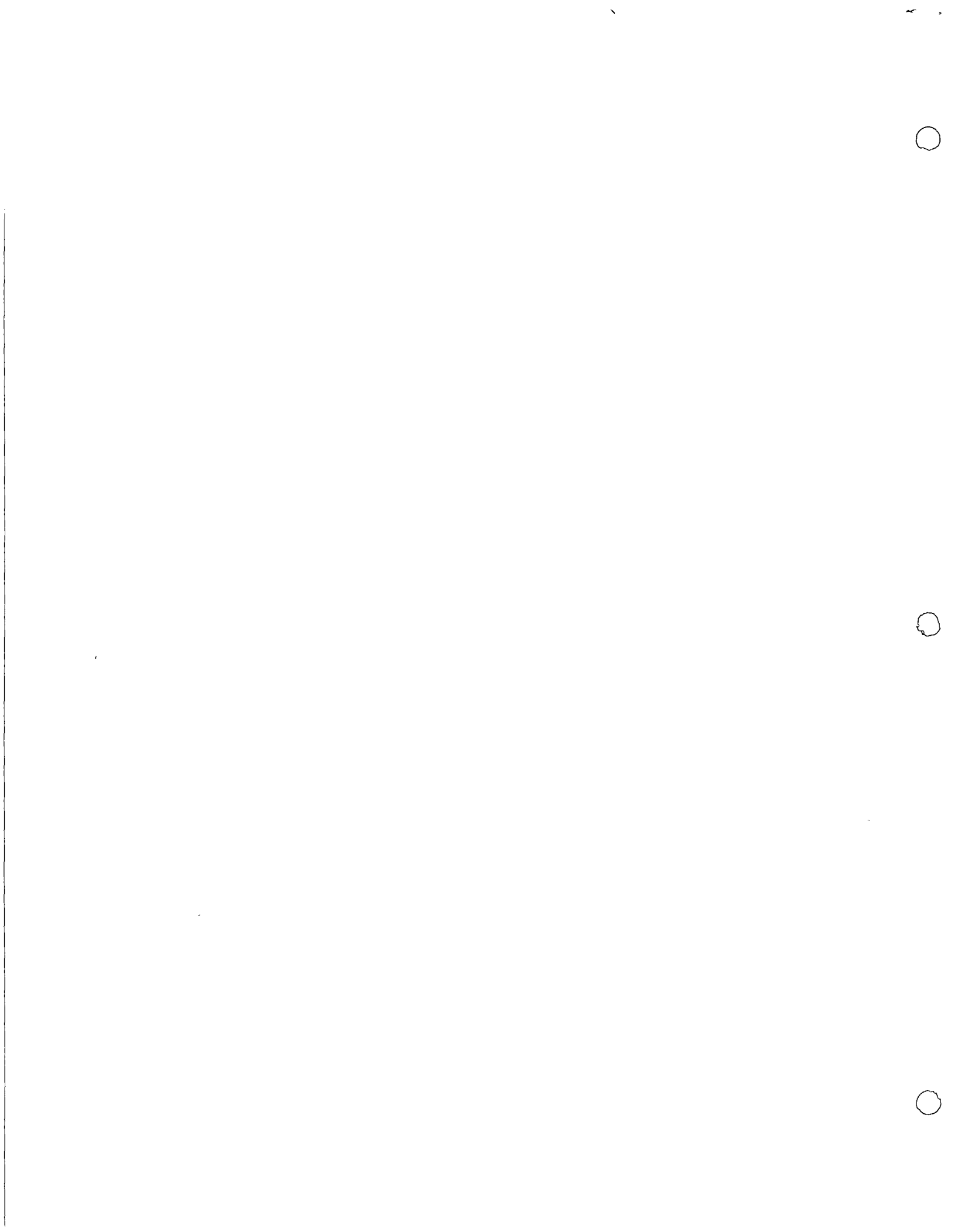
5. Válvula solenoide piloto.
6. Reguladores de presión con manómetro.
7. Soplador de aire
8. Válvula con rearme manual.
9. Válvula autoregulada de presión
10. Control de relación aire/combustible
11. Bujía para ignición.

7. DIAGRAMA TIPICO DE UN SISTEMA DE PROTECCION DE COMBUSTION

### 7.- DIAGRAMA TIPO DE UN SISTEMA DE PROTECCION DE COMBUSTION



- 1. Detector (Scanner)
- 2. Mezclador/Quemador
- 3. Mezclador/Quemador Piloto
- 4. Transformador de Ignición
- 5. Válvula Solenoide Piloto
- 6. Regulador de Presión
- 7. Soplador de Aire
- 8. Válvula con rearme manual
- 9. Valvula autoregulada de P.
- 10. Control de relación
- 11. Bujía para ignición





centro de educación continua  
facultad de ingeniería, unam



INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO  
DE PLANTAS SIDERURGICAS

CONTROL DINAMICO EN LA INDUSTRIA  
SIDERURGICA

DR. SERGIO TRAPOTE ALVAREZ

## CONTROL DINAMICO EN LA INDUSTRIA SIDERURGICA

Por el Dr. Ing. Sergio Trapote Alvarez

### INTRODUCCION:

La industria siderúrgica requiere por la complejidad de sus procesos de gran cantidad de controles para llevar a buen término su producción. Dentro de los controles, hay varios tipos, desde el manual pasando por el servomecanismo hasta el control por computadora. Esta breve exposición, tendrá por objeto ver el control por computadora digital de procesos en la industria siderúrgica. La computadora digital está conectada "en línea" con el proceso, o sea recibe señales excitación directamente del proceso, corre los programas pertinentes y genera señales respuesta.

Si los programas son corridos sin intervención humana entonces tenemos el más avanzado de los controles digitales: C D D control digital directo. Si los resultados de los programas son expuestos previamente al operador para aprobación antes de transmitirlos a la interfaz con la planta, tenemos el control de guía al operador. Generalmente en un sistema de control de procesos, se



cuenta con tres tipos de operación: manual sin computadora, supervisoria y totalmente autom. Se puede tener parte del sistema en manual y parte en automático con computadora; se puede tener la computadora sólo como adquisidora de datos y sin ninguna señal de control. Esto significa que el diseño de un sistema tiene que ser lo suficientemente completo para incluir todas las posibilidades anteriores.

Procesos y Operaciones bajo control por computadora en la Industria Siderúrgica en los últimos cinco años, expresados en porcentaje del total.

Alto Horno	23.5 %
Horno de Arco Eléctrico	23.5 %
Control de Producción en línea	21 %
Colada Continua	19.8 %
Molino de Reducción en frío	19.8 %
Molino de Planchones en caliente	18.5 %
Aceración L. D.	17.3 %
Control de Operación en línea	12.1 %
Molino de debaste	11.1 %
Línea de recocido	9.9 %
Molino de planos	8.6 %

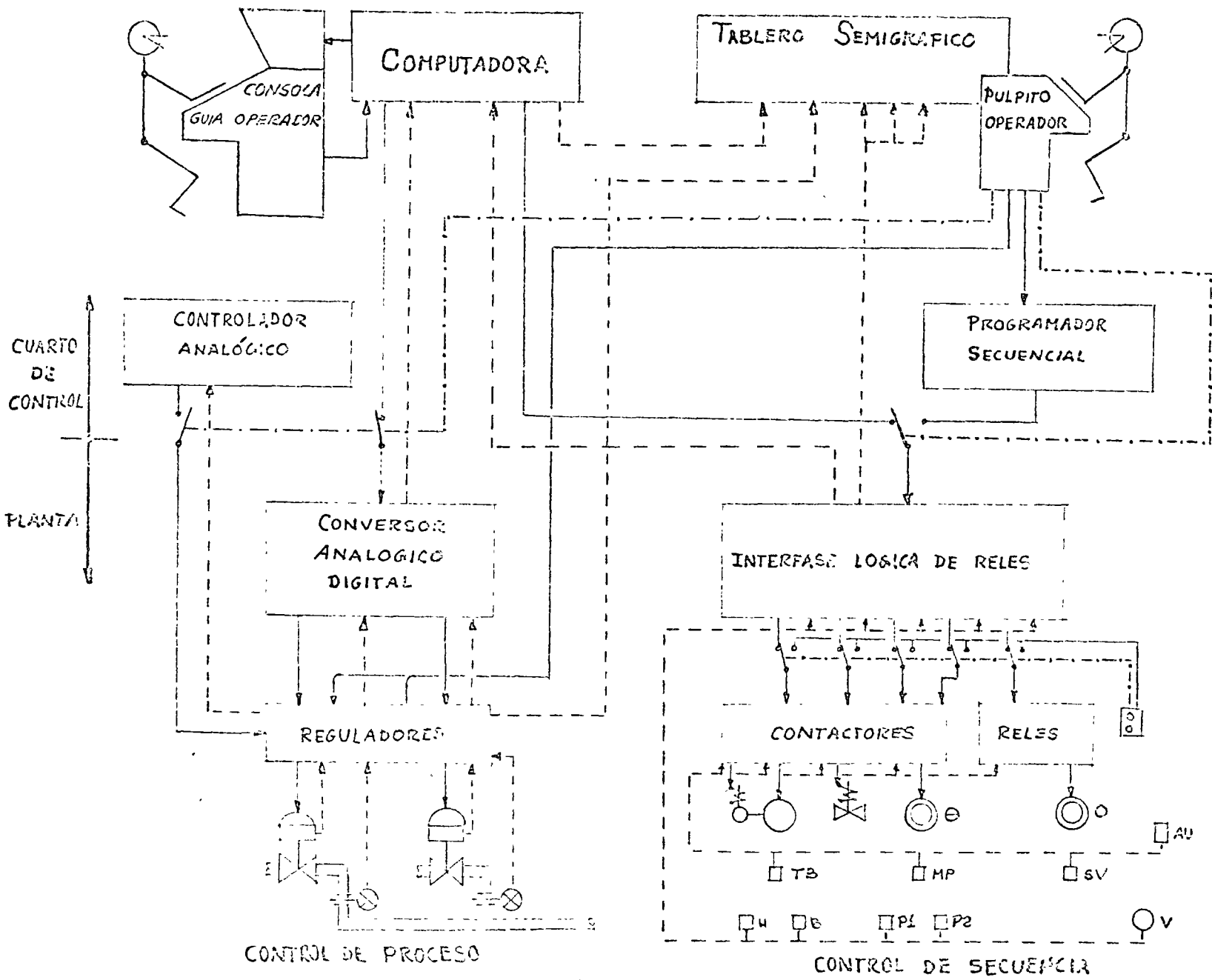
Patios de mineral	7.4 %
Planta de sinterizado	7.4 %
Línea de galvanizado	7.4 %
Molino de secciones	6.2 %
Molino de templado	3.2 %
Línea de estañado	2.5 %
Línea de decapado	2.5 %
Control de Energía	1.9 %

Por países, figuran en primer lugar:

Japón, Italia, Alemania, U. S. A., Francia, Inglaterra  
y actualmente SICARTSA comenzará con tres controles por  
computadora que serán:

- I Control secuencial del Alto Horno
- II Control del proceso de Aceración L. D.
- III Control Energético total de la Planta.

# CONFIGURACION GENERAL DE LA INTERFASE CON OPERADOR Y PLANTA



Los principales objetivos del control por computadora de un Alto Horno son:

- A) Operación estable.
- B) Supervisión de planta y guía al operador.
- C) Control secuencial.
- D) Control de la planta.
- E) Control del proceso mediante modelo matemático.

El sistema Alto Horno se puede dividir en los subsistemas:

#### I. Sistema de Carga

- 1) Casa de Carga
- 2) Banda Principal
- 3) Tope

#### II. Sistema de Aire Caliente y de Soplado

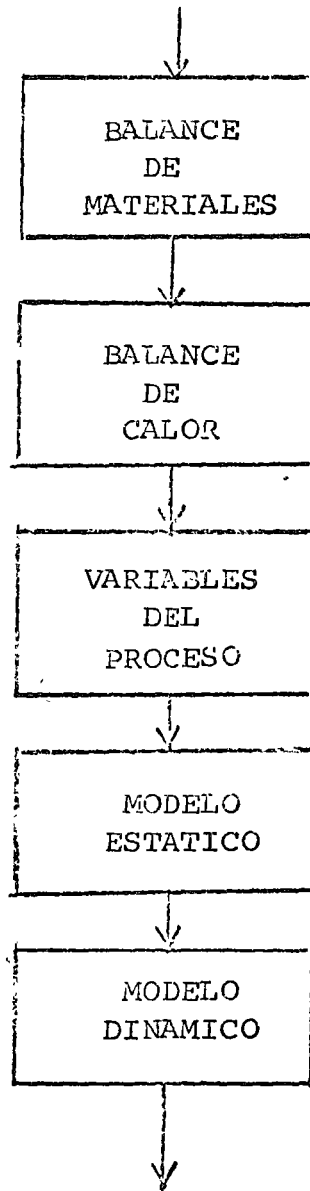
- 1) Control de la Combustión y de la Temperatura del Aire
- 2) Control de la Secuencia de Cambio de Fase
- 3) Control D D C

#### III. Sistema del Horno

- 1) Control de la Presión
- 2) Control Adición  $O_2$
- 3) Control de la Humedad
- 4) Control del Combustoleo
- 5) Control presión Tope
- 6) Control de Nivel  $H_2O$  en el Limpiador de gases

DIAGRAMA DE BLOQUES DE LA IMPLEMENTACION

DE MODELO DINAMICO EN UN ALTO HORNO



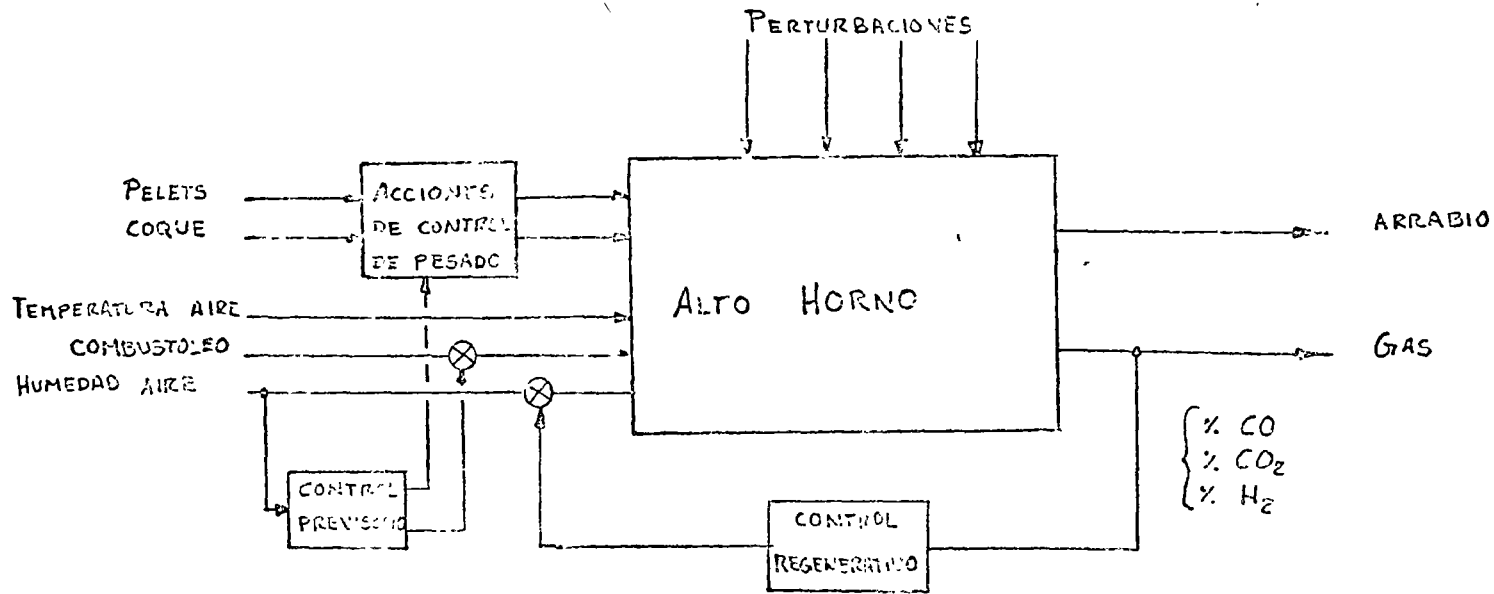


DIAGRAMA A BLOQUES DEL CONTROL DE PROCESO DE UN ALTO HORNO

CONTROL DEL PROCESO EN UN ALTO HORNO

El Alto Horno como la mayoría de los procesos industriales, tiene un comportamiento no lineal, está sujeto a retardos importantes y también a frecuentes perturbaciones. Existen varios tipos de modelos en un Alto Horno con objetivos diversos, a causa de su importancia económica, dado que se reduce el costo por coque del proceso, me ocuparé de un modelo para controlar el Si contenido en el arrabio, dado que este último se elimina a alta temperatura, por lo que requiere mayor consumo de coque la reducción de dicho elemento.

La formulación de un modelo en tiempo real, depende principalmente de las medidas disponibles en la Planta, de un análisis teórico respecto a un punto de operación del Alto Horno y de la posibilidad de auto-adaptar sus coeficientes a medida que varía el punto de operación.

Las variables de salida del proceso, como se indica en la fig. 2 son la producción instantánea de arrabio y el gas de salida en el Tope del Alto Horno.

En la vecindad de un punto de operación, el proceso se

## Estabilización del contenido de Silicio (Si) en el arrabio

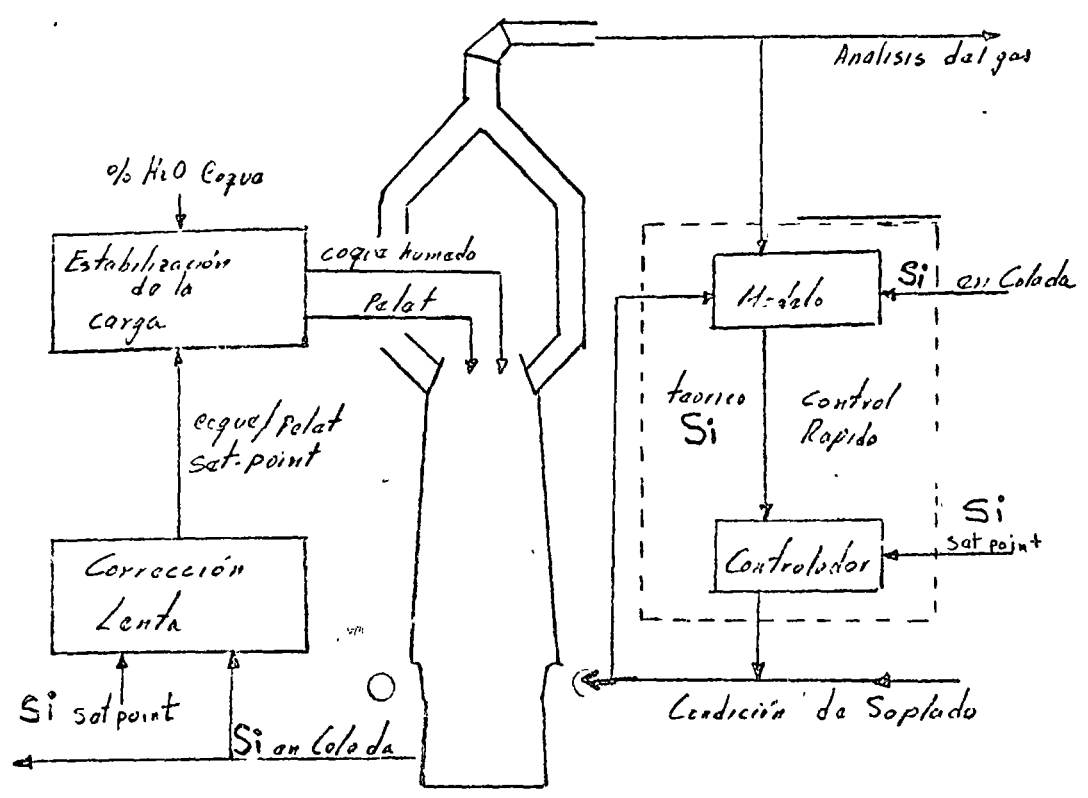
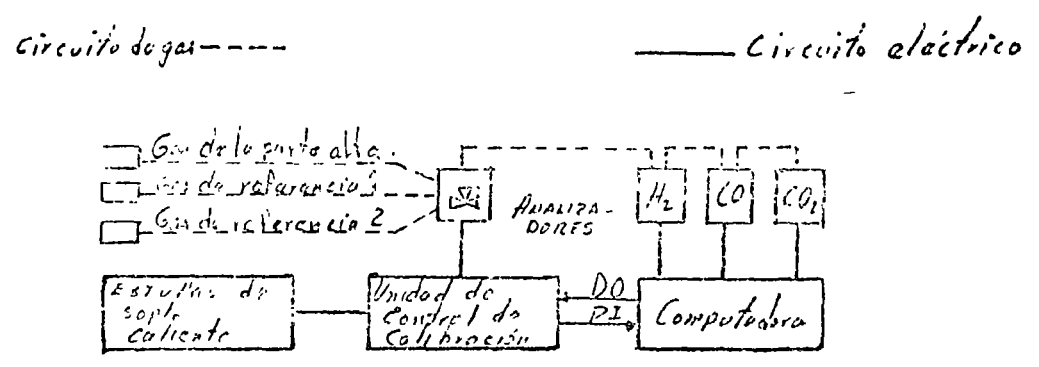


Fig 2

### Diagrama de Bloques para el analizador del gas de Salida del A.H.





puede considerar lineal representado por la ecuación

$$(1) \quad \alpha \frac{d Si(t)}{d t} + \beta Si(t) = \gamma Q(t)$$

donde  $Si(t)$  es el silicio contenido en el arrabio y  $Q(t)$  es el calor disponible en el crisol del Alto Horno para la reducción del silicio.

Los análisis de la carga y del arrabio se necesitan realizar con cierta frecuencia, generalmente diario en la carga y por colada en el arrabio.

La tabla siguiente muestra las principales características de funcionamiento del Alto Horno.

CARACTERISTICA	UNIDAD DE MEDIDA	COMENTARIO
Diámetro del crisol	metros	<u>Cte</u> depende de la construcción
Control del Soplo		
Volumen	Nm <sup>3</sup> /h	Punto de operación
Humedad	gr/ N m <sup>3</sup>	Variable de Control
Temperatura	° C	Punto de operación

CARACTERISTICA	UNIDAD DE MEDIDA (Continuación)	COMENTARIO
<hr/>		
Análisis del gas del Tope		
CO	%	Imagen del comportamiento del proceso, problema de calibración
CO <sub>2</sub>	%	
H <sub>2</sub>	%	
<hr/>		
Carga		
Pelets	%	Objetivo: el mayor porcentaje posible de pelets
Misceláneos	%	
<hr/>		
Consumo de combustibles		
Coke	Kg/t arrabio	Objetivo: Minimizar combustible por ton. de arrabio producido.
CH <sub>4</sub>	Nm <sup>3</sup> /t arrabio	
<hr/>		
Producción Arrabio	t/diarios	Maximizar
<hr/>		

Los análisis del contenido de Si en el arrabio nos dan series de tiempo, los cuales se pueden auto correlacionar y obtenemos  $\varphi(\tau)$  FUNCION AUTOCORRELACION DEL Si con respecto a  $\tau$  desplazamiento entre coladas. Esta función nos indicará la presencia o ausencia de un estado

estacionario del proceso (ver y estudiar las propiedades de las funciones auto correlación: STATISTICAL THEORY in COMMUNICATION, de LEE). Se observa, que es imposible contar con un modelo con parámetros ctes, es necesario de aquí que se auto-adaptan los parámetros del modelo de tiempo en tiempo.

El método de Auto adaptación de los parámetros del proceso, se realiza con la técnica, estadística de REGRESION LINEAL MULTIPLE. Esta técnica bien conocida, se implementa en un algoritmo el cual permite efectuar cálculos rápidos y ofrecer un modelo instantáneo en tiempo real para el proceso:

El método auto-adaptativo se basa en el Análisis de Regresión múltiple, efectuado periodicamente sobre muestras virtuales, donde los valores precedentes se van tomando con pesos decrecientes según su antigüedad.

Se introducen dos parámetros expresados en número de coladas  $N$  y  $n$ , los cuales indican respectivamente el período-base para el arranque del sistema y el período de adaptación de los coeficientes del modelo.  $N$  debe ser mayor que el número de grados de libertad de una

muestra del sistema y  $n \ll N$  debe ser .

La elección de  $N$  y  $n$  condicionará el método de adaptación en rapidez para seguir el punto de operación del Alto Horno. Su cte de tiempo del peso exponencial es:

$$\alpha = 1 - n/N \ll 1$$

Comenzamos el cálculo tomando  $N$  observaciones reales de una muestra inicial, con las cuales estimamos los coeficientes de la ecuación de regresión, la cual será adoptada durante las  $n$  observaciones siguientes. Al final de este período, dado que se dispondrá de un nuevo período real  $c_1$  de  $n$  observaciones, se crea un período virtual  $C_1$  que tiene  $N$  grados de libertad de la forma siguiente:

$$C_1 = \alpha C_0 + (1 - \alpha) c_1$$

Sobre la muestra  $C_1$  se efectúa un nuevo análisis de regresión que valdrá para las  $n$  observaciones sucesivas, creándose así un nuevo período:

$$C_2 = \alpha C_1 + (1 - \alpha) c_2$$

Y así se continúa sucesivamente.

La muestra genérica  $C_p$  contiene la información concerniente a todos los períodos precedentes.  $C_p$  será un promedio exponencial con cte de tiempo  $\alpha$  de los períodos precedentes:

$$(2) C_p = \alpha C_{p-1} + (1 - \alpha) C_p = \sum_{i=D}^p \alpha^{p-i} (1 - \alpha)^i c_i$$

Se nota que para  $\alpha = 0$ ,  $n = N$  se tiene una muestra  $C_p = c_p$  i.e. una adaptación de los coeficientes de regresión única al final de las  $N$  observaciones y no se cuenta para nada con la historia precedente. Para  $\alpha = 1$  se excluye la adaptación del modelo, dado que se mantiene uno siempre en el período histórico inicial  $C_p = C_0$ , con coeficiente de regresión incambiables.

La ec. (1) se reduce a:

$$(3) \int \frac{d Si(+)}{dt} + Si(+) = G_0 A (+)$$

Donde:

$A(+)$  es la parte de  $Q(+)$  calculable utilizando las medidas analógicas: temperatura, humedad y portada del soplo; análisis de los gases en el Tope del Alto Horno, la producción de Arrabio, la Tasa de Combustoleo en las Toberas.  $G_0, \int$  son respectivamente la ganancia estática, y la cte de tiempo del proceso, la fórmula (2) se expresa en diferencias finitas con la frecuencia de colada:

$$(4) \hat{Si} (K t_c) = a Si [(K - 1) t_c] + b A (K t_c) + c$$

$\hat{Si}$  silicio previsto para la colada  $K$

$Si$  silicio real en la colada  $K - 1$

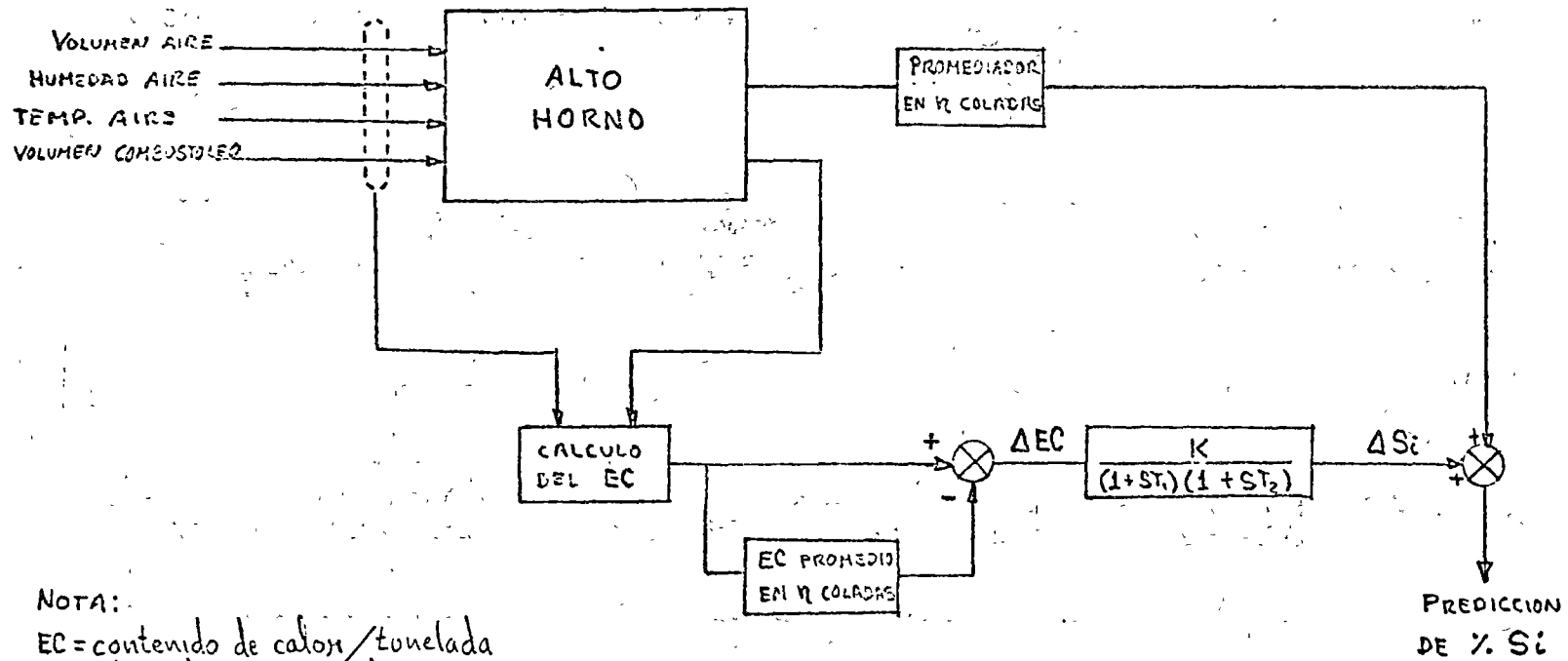
$t_c$  intervalo de tiempo entre comienzos de dos coladas sucesivas

K número entero que indica el número de colada.

La ecuación (3) prevee el Si en la colada con un avance de una hora sobre el análisis enviado por el laboratorio.

Un desplazamiento del punto de operación del Alto Horno se traduce por una variación de  $G_0$  y de  $\xi$  en la ecuación (3) y de los coeficientes a, b y c en la ecuación (4).

El método de Auto adaptación descrito anteriormente, permite un cálculo periódico de estos coeficientes, basándose sobre la minimización del error entre  $\hat{Si}$  previsto y el Si verdadero.



NOTA:

EC = contenido de calor / tonelada del análisis para reducir  $SiO_2$  en la escoria.

CONTROL DINAMICO DEL ALTO HORNO SEGUN EL METDO CRM

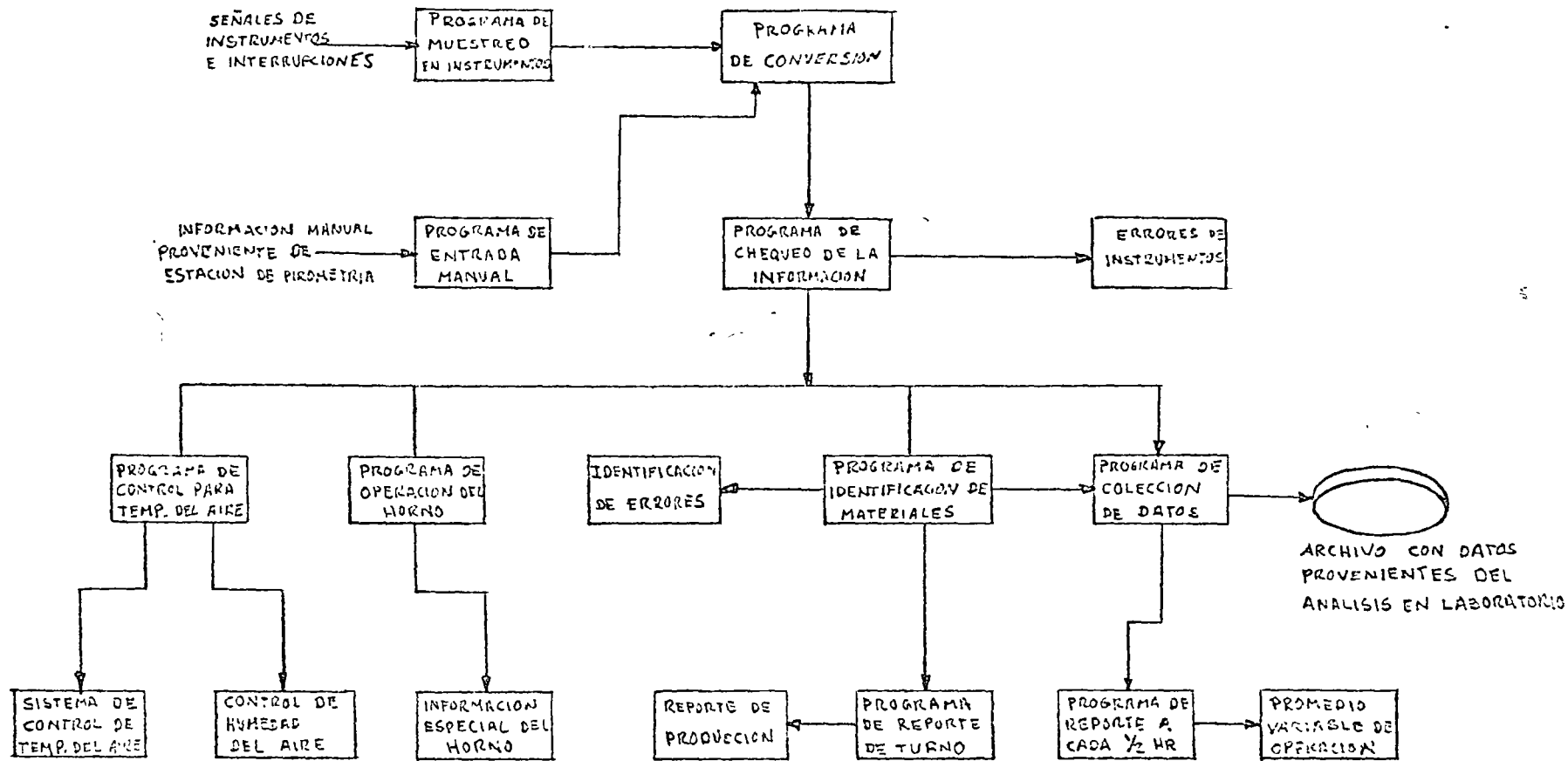
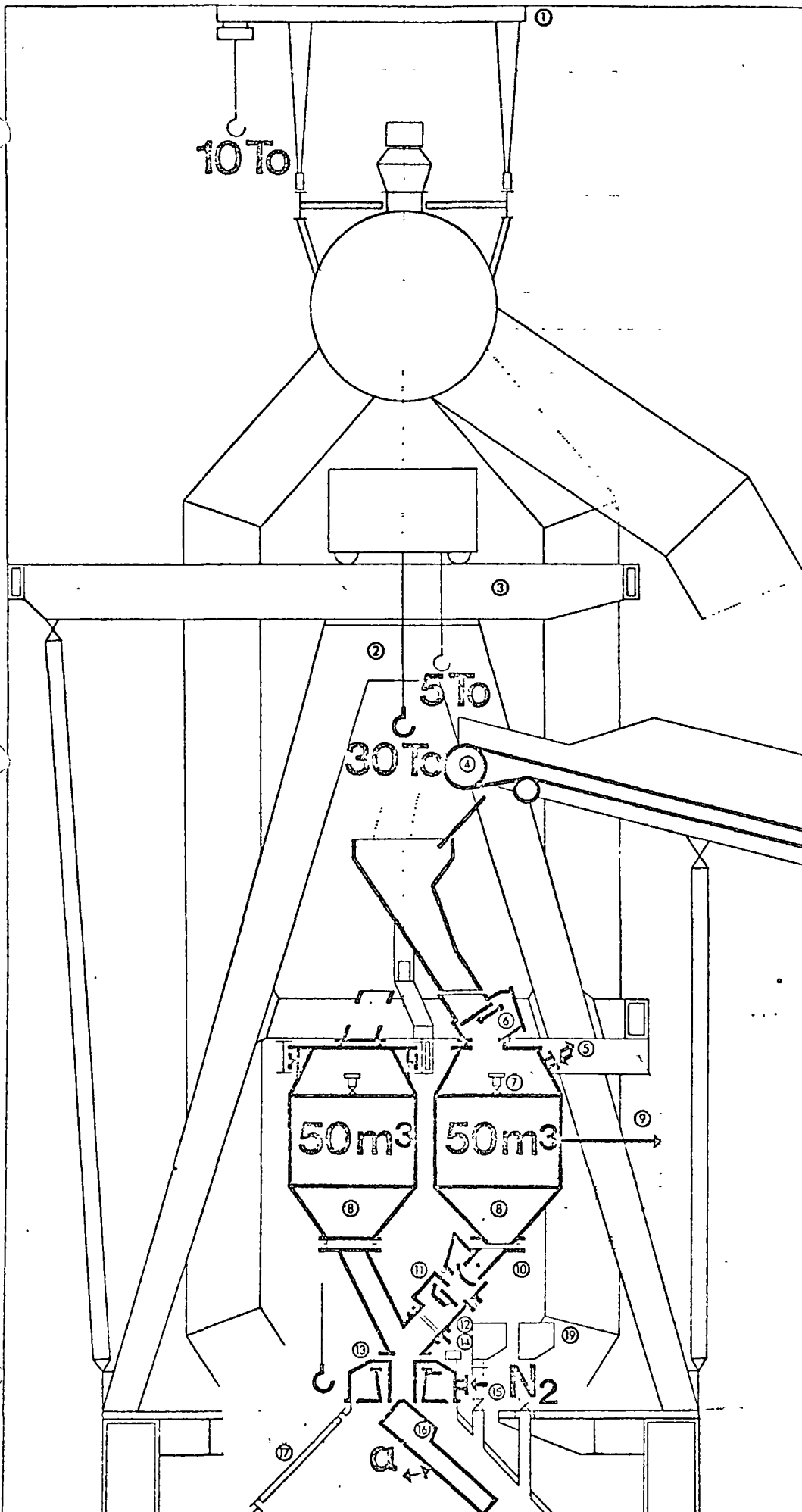


DIAGRAMA A BLOQUES DE LA ESTRUCTURA DE PROGRAMA PARA EL CONTROL DE PROCESO DEL ALTO HORNO





① Much lower total height. 1 1/2 . . .

② Reduced hoist capacity from say 120-140 tons to about 30 tons.

③ Low and lightweight tower structure.

④ Conveyor or skip charging.

⑤ Equalising mains.

⑥ Upper sealing valve, small and easy to tighten and to maintain.

⑦ Weigh equipment for "hopper empty" indication.

⑧ Sealing hoppers: three, one of for maintenance during blast furnace operation; two in case of room shortage for existing blast furnaces.

⑨ Removable hoppers for easy maintenance.

⑩ Material flow control gate for individual flow adapting.

⑪ Lower sealing valve small and easy to tighten and to maintain.

⑫ Shut-off plate per hopper.

⑬ Distributor body proper for pressures up to 5 kg/cm<sup>2</sup> allowing:

- for shute rotation ( $N$ )
  - for falling angle adj. ( $\alpha$ )
  - for rotation angle pos ( $\beta$ )
  - for spiral burdening ( $\Delta\alpha$ )
  - for spot burdening
  - for segment burdening ( $\Delta\beta$ )
- in function of materials ( $M_i$ ) and blast furnace.

⑭ Two axes only in transition between pressure zones, easy to tighten at high pressures.

⑮ N<sub>2</sub> or clean gas injection between 500 and 2500 Nm<sup>3</sup>/h for cleaning and cooling purposes.

⑯ Distributing shute, easy to remove from outside the blast furnace in less than two shifts including replacement of new shute.

⑰ Door for shute removal.

⑱ Burden area.

⑲ Burden level detection by mechanical stock rods or by neutronic equipment.

All wearing parts replaceable in less than two shifts by correct construction.

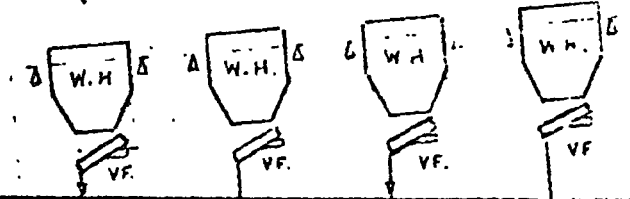
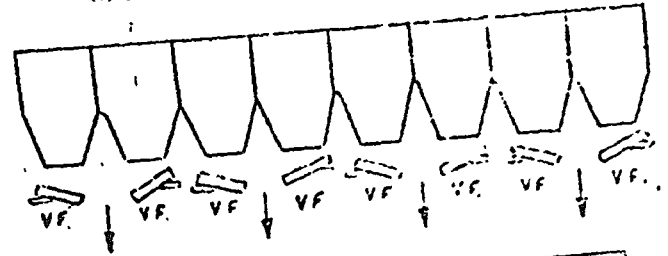
LEGEND.

- WH WEIGH HOPPER
- VS. VIBRATING SCREEN
- VF VIBRATING FEEDER
- FCH FINES COKE HOPPER
- FPH FINES PELLET HOPPER.

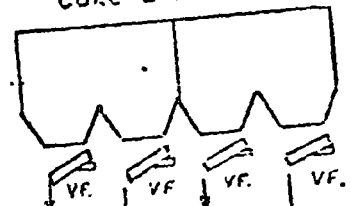
BLAST FURNACE

RAW MATERIALS FLOW SHEET.

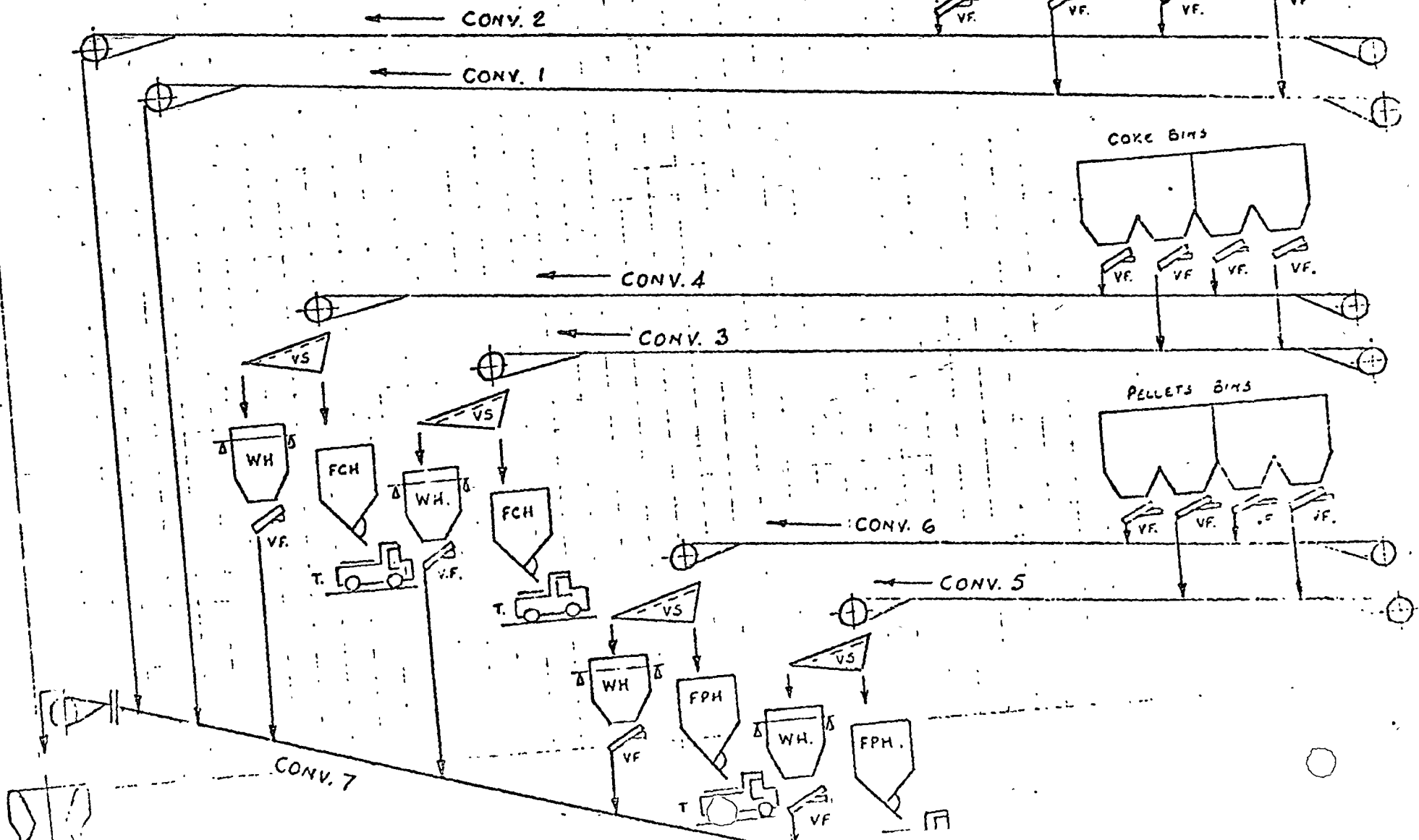
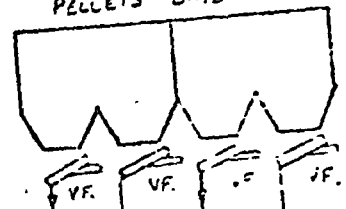
MISCELLANEOUS BINS

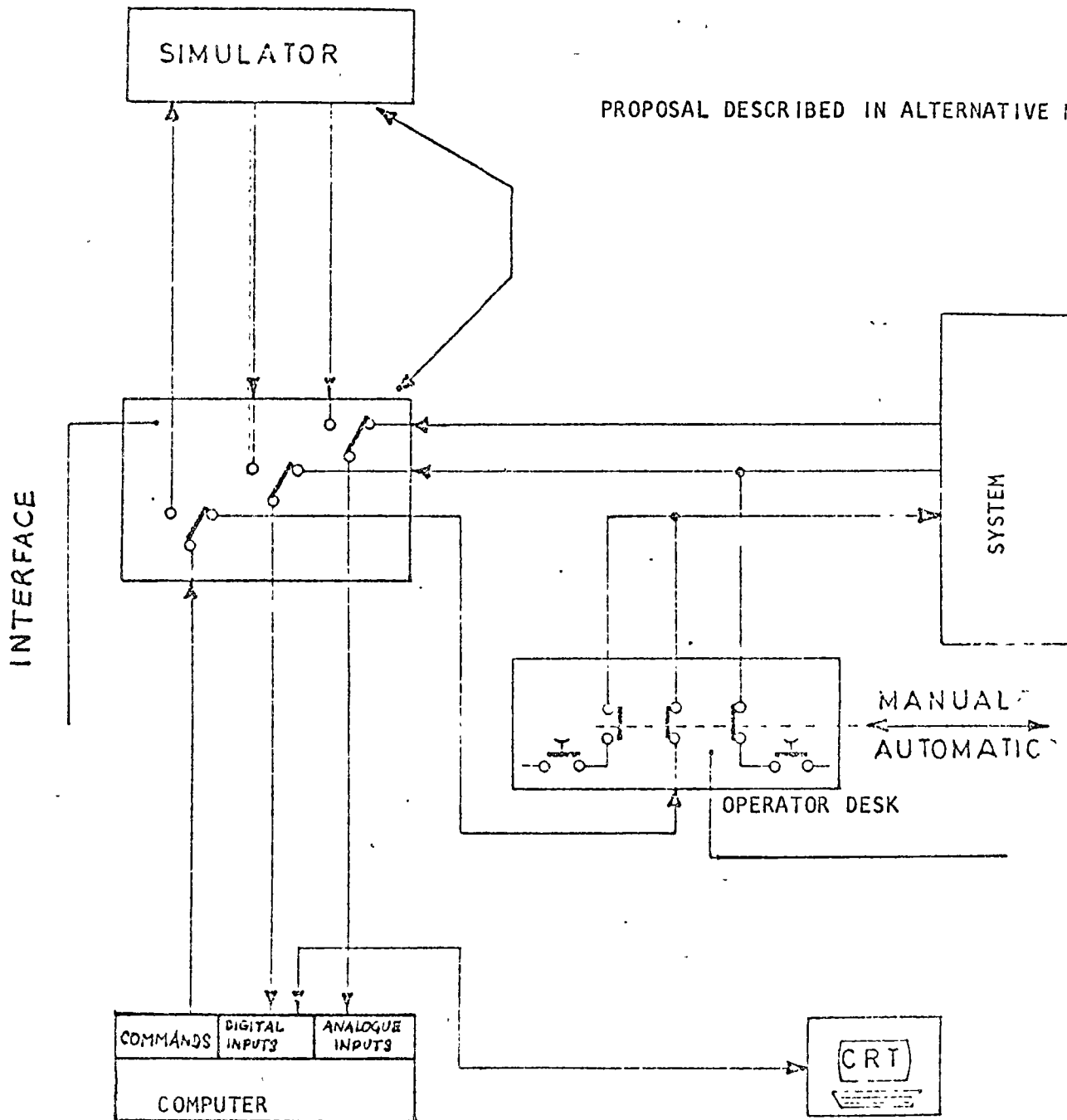


COKE BINS



PELLETS BINS

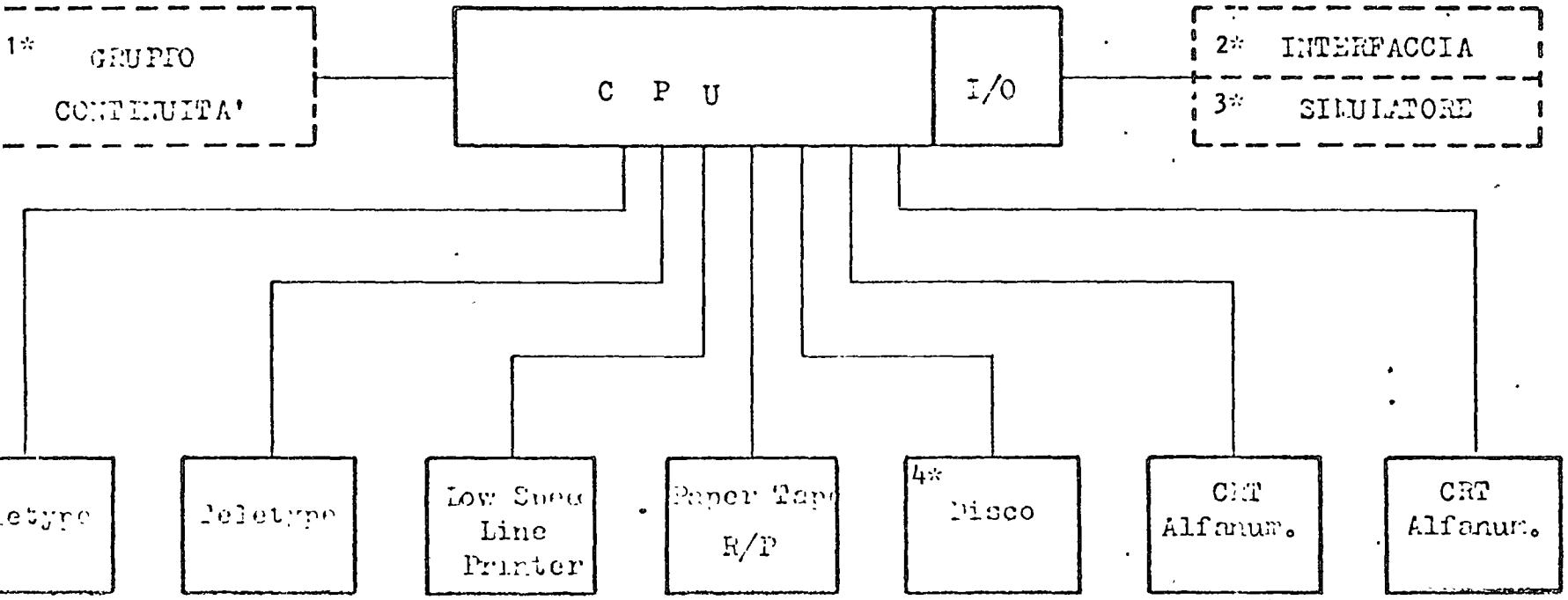




Principle diagram of interconnections between the computer and the main hardware components of computer system described in alternative No. 1

6\* CONFIGURAZIONE PRELIMINARE DEL SISTEMA

ALLEGATO N. 9



----- Apparecchiature aggiunte con alternativa n. 1 (5\*)

## SISTEMA DE CONTROL - INYECCION DE COMBUSTOLEO Y PURGA A TOBERAS DEL ALTO HORNO

El combustóleo, previamente calentado, es inyectado al horno a través de la tobera.

El grupo de vapor y aire permiten realizar la purga de las toberas cuando se requiere.

El flujo de combustóleo en el cabezal principal (FE-01) es transmitido a la computadora y a un controlador analógico de tal manera que uno de estos dos actuará la válvula de control FCV-01.

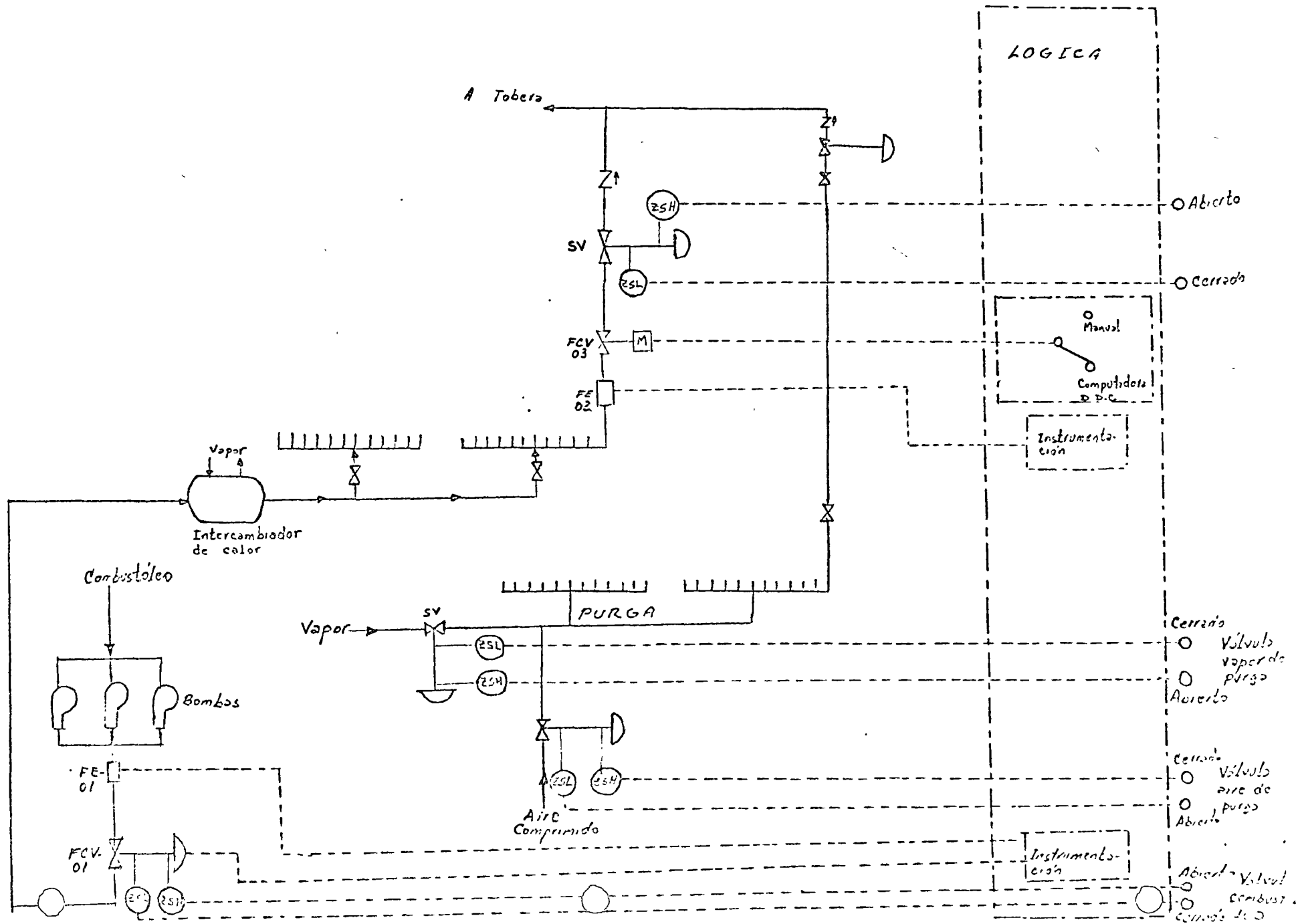
El flujo en cada una de las líneas de los inyectores es medido (FE-02) y transmitido a la computadora; la correspondiente válvula de control, accionada por un motor eléctrico, puede ser operada por la computadora o por el operador. Se tiene además una válvula ON-OFF, operada por el sistema de lógica accionada por el operador, esta válvula indica también el número de toberas disponibles para la inyección del combustóleo.

El sistema de purga general puede ser actuado por el operador o automáticamente por la computadora cuando el flujo de combustóleo desciende de un nivel permisible.

Los modos de control para el flujo de combustóleo son:

1. Funcionamiento automático A 1: control por medio de computadora (D.D.C.) del flujo de combustible en cada tobera.
2. Funcionamiento automático A 2: control por computadora del flujo total de combustóleo.
3. Funcionamiento en semiautomático.

# Sistema de control... Inyección de combustible y purga toberas Alto Horno



CONTROL DEL PROCESO DE ACERACION L.D.

Las figuras (1) y (2) muestran claramente los objetivos del proceso de aceración al oxígeno: "UN BUEN PUNTO FINAL" i.e. un punto en el plano: temp - carbono que describe el espacio estado del proceso. La forma exacta de la curva dependerá de la composición del arrabio, del consumo de chatarra y de su punto de fusión, y también dependerá de la práctica operativa del soplado.

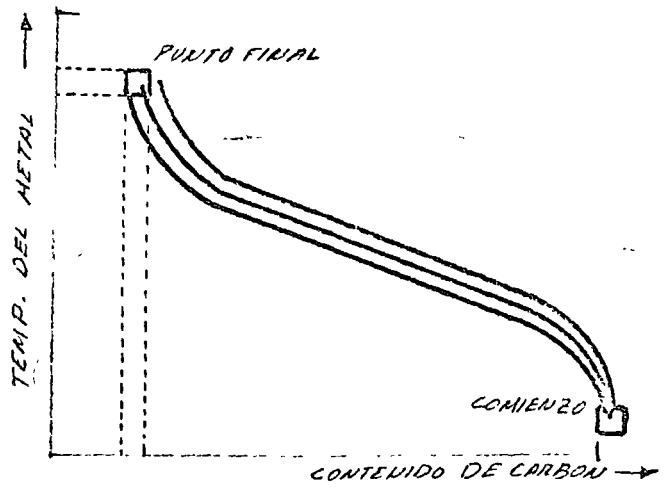
La división del proceso de refinamiento, se puede hacer en las siguientes etapas:

1a. etapa: La mayoría del oxígeno se usa para oxidar el Si, Mn y Fe; y sólo una pequeña parte para oxidar el carbono. Esto significa que  $\frac{dt}{dc}$  es grande i.e. la pendiente a la curva de estado del proceso.

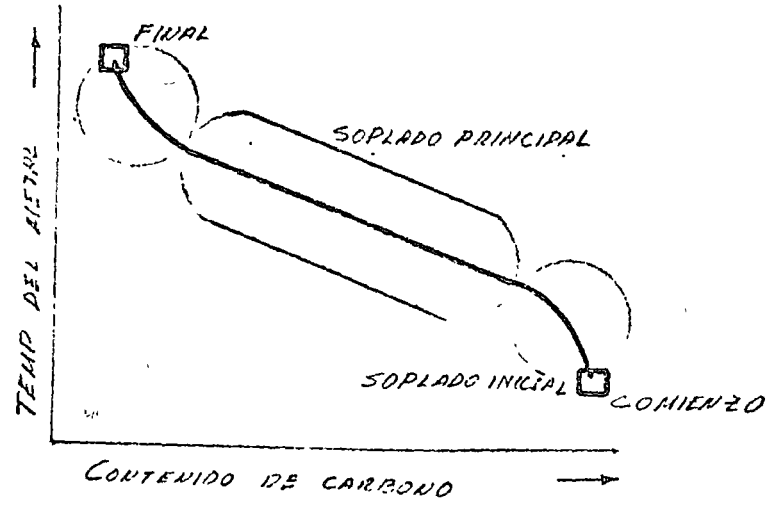
2a. etapa: Es el período donde el oxígeno se combina con el carbono de una manera cte.,  $dt/dc$  es cte. durante este período de soplo principal.

3a. etapa: En la cual se localiza el "PUNTO FINAL" del proceso, es la más crítica, dado que hay que calcular muy

X



RELACION ENTRE CARBONO EN EL PAÑO Y LA TEMPERATURA DURANTE EL SOPLADO



ETAPAS DE SOPLADO EN EL PROCESO L.D.



bien el tiempo. Los resultados de no lograr el punto final son:

Alta temperatura: incremento de tiempo de operación, incremento de desgaste del refractario.

Baja temperatura: se necesita resoplar con pérdida en rendimiento e incremento de tiempo de operación.

Carbono muy alto igual que temperatura baja.

Carbono bajo significa que demasiado Fe fué oxidado, más del necesario para la especificación y se requiere una recarburación en la olla.

Además de la localización del punto final, el proceso puede ser mal conducido, también durante el soplado inicial si se excede en oxidación de carbono i.e. si el soplado es muy brusco, entonces la escoria será baja en O Fe y se retardará la solución de la caliza dándonos una escoria fría, seca y aterronada, la cual remueve poca cantidad de S, P y C. Si al contrario durante el período inicial se oxida muy poco carbono, la escoria tendrá demasiado O Fe dando el proceso poco rendimiento y siendo la descarburación violenta al final del proceso, obteniendo excesiva escoria.

Como podemos apreciar, una buena operación del proceso requiere un buen punto final de acuerdo a las especificaciones del acero a producir, pero esto se requiere lograrlo en un buen tiempo y con una buena formación de escoria i.e. siguiendo una trayectoria óptima en el espacio temp-carbono.

La computadora deberá tener un modelo matemático, el cual controle la trayectoria temp-carbono en tiempo real, calculando los volúmenes de oxígeno a soplar y la altura de la lanza para cumplir estos objetivos. Además la computadora se usa en una planta L. D. para imprimir un ritmo de trabajo, coordinando, como se puede ver en el apéndice de este trabajo, todas las actividades y secuencias durante el proceso.

Primero se usa la computadora como guía al operador y como ADQUISIDORA de DATOS para llevar la gestión integral de la planta, simultáneamente se implementa un modelo estático y finalmente un modelo dinámico.

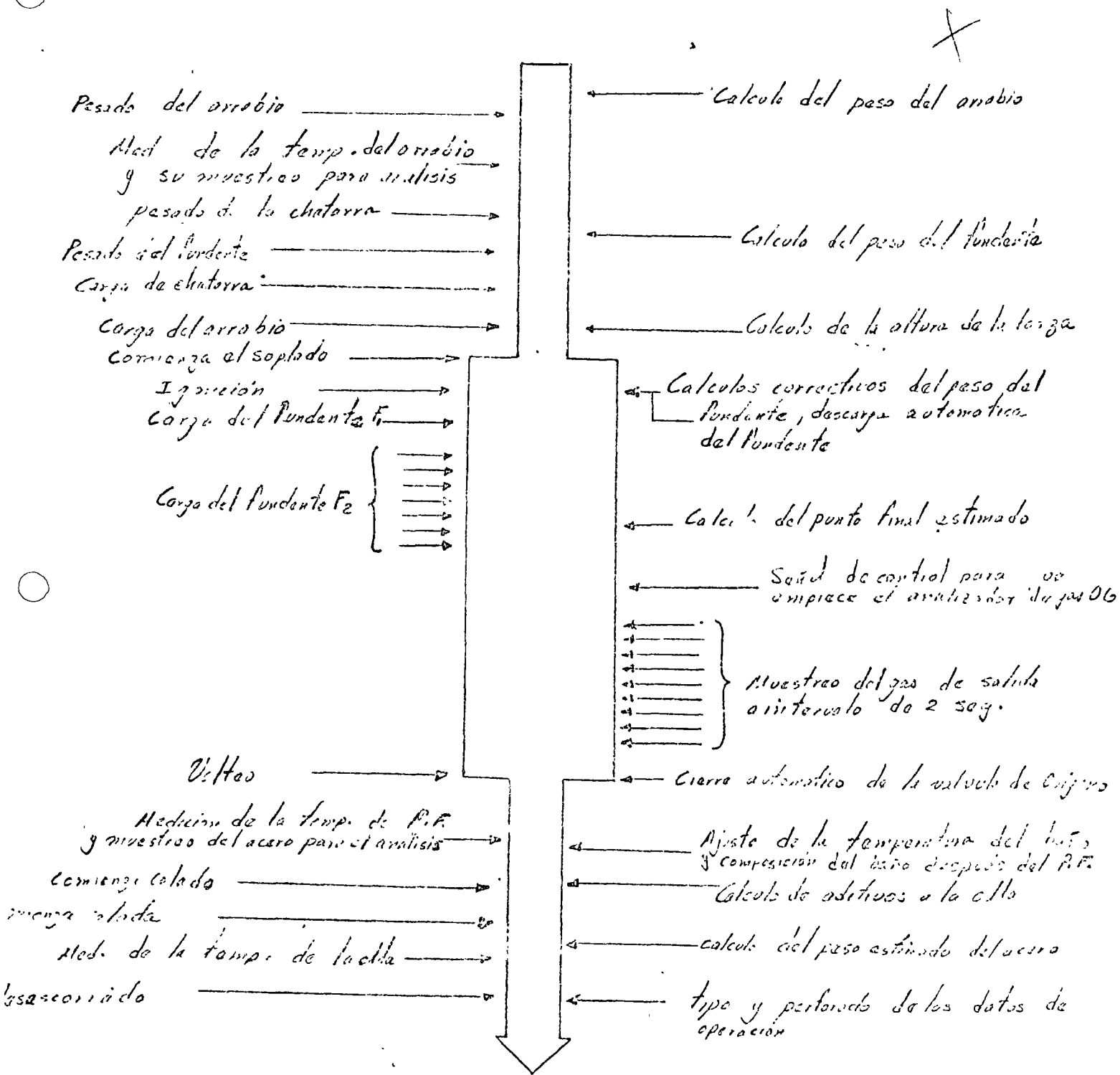
Clasificación de los controles dinámicos:

1) Método de control de las condiciones de Soplado:

Consiste en controlar durante todo el período el soplado para lograr un soplado estable.

OPERACION

ACCION DEL SISTEMA DE CONTROL



2) Método de Ajuste de Trayectoria:

Aquí la trayectoria: carbono-temperatura se ajusta en la última etapa del soplado con el objetivo de lograr un punto final simultáneamente.

3) Método del Paro Dinámico: Aquí el punto final es determinado precisamente de manera que se pare el soplado en el punto más apropiado sin ajustar la trayectoria.

Un control dinámico perfecto sólo se logra con la combinación de los tres métodos. El primer método está representado por SUMITOMO, el cual controla la condición de soplado siguiendo una trayectoria de descarburización (Trapezoidal) fig. (3). Este sistema es difícil de seguir en la práctica. El segundo método es usado por el C N R M y por K R U P P y la idea consiste en el control de la formación de la escoria.

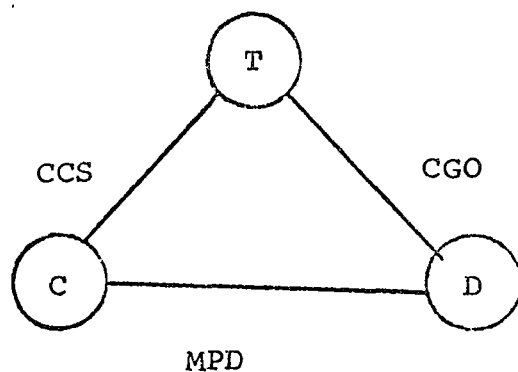
El problema crítico del control dinámico lo constituyen los sensores dinámicos, aquí la precisión y el costo de las mediciones son un factor determinante, la tabla (1) nos muestra una lista de los sensores.

Los modelos de Control dinámico están descritos en la ...

Tabla (2) y se basan principalmente en las características de los sensores usados, tomando en consideración el comportamiento exterior de la reacción. Sus propiedades esenciales son:

1. Concordancia con los datos reales
2. Aproximación simple a la curva y simplicidad de las expresiones
3. Limitado número de parámetros no sensitivos
4. Independencia entre parámetros
5. Conformidad al mecanismo de reacción

Para deducir el contenido de carbono en el baño mediante el uso de un medidor de tasa de descarburación, es necesario considerar la relación entre contenido de carbono C, tasa real de descarburación T y medidor de tasa de descarburación D mostrado en el triángulo.



donde

CCS	Control de la Condición de Soplado
CGO	Control del Gas Oxígeno
MPD	Método de Proceso de Datos

Se deduce el contenido de carbono en la etapa final del soplado de la medición del T, y es necesario considerar los siguientes tres puntos:

1. Un modelo para estimar C de los datos D .
2. Factores que perturban la relación  $T \sim C$  (reproducibilidad) .
3. Certificar la precisión del modelo por datos reales.

Como se muestra en la siguiente figura, la reacción en la etapa final del soplado se divide en dos reacciones directas ( $R_1$  ,  $R_2$ ) en la superficie de contacto del baño oxígeno y en la reacción indirecta en la superficie: escoria-baño.

$R_1$  es la reacción de descarburación en la superficie directa de reacción y su tasa puede pensarse dependiente de la cantidad de colisiones entre el chorro de oxígeno y el carbono:

$$- \left[ \frac{dC}{dt} \right]_d = K_d F_o f(C) A_d$$

$K_d$  cte.

$F_o$  tasa de flujo de oxígeno

$f(c)$  tasa de transferencia del carbono a la superficie de reacción

$A_d$  área de superficie de reacción directa

$R_2$  es la reacción de oxidación de otros componentes (principalmente Fe y Mn) para producir escoria, debida al oxígeno que llega a la superficie de reacción directa y no es consumido en la descarburación:

$$-\frac{dM}{dt} = \alpha \frac{dM_x O_y}{dt} = K_{ds} F_o \left( 1 - \left[ \frac{dC}{dt} \right]_d \right) A_d$$

$M$  Componentes contenidos en el acero (Fe, Mn)

$\alpha$  razón del peso del acero líquido a la escoria

$M_x O_y$  Contenido de M oxidado en la escoria  
(Fe O y Mn O)

$K_{ds}$  cte

$R_3$  representa la reacción de descarburación en la superficie de contacto de la escoria y el acero fundido. Su tasa puede asumirse debida a la cantidad de colisiones entre

óxidos en la escoria (Fe O y Mn O) y el carbono del baño:

$$-\left[\frac{dC}{dt}\right]_e = K_e g((M_x O_y)) h(C) A_e$$

$K_e$  cte

$g((M_x O_y))$  tasa de transferencia de óxidos en la escoria a la superficie de reacción.

$h(C)$  tasa de transferencia del carbono en el acero fundido

$A_e$  area de la superficie de reacción de descarburación entre el baño y la escoria

$R_4$  es la reacción de equilibrio de los óxidos  $M_x O_y$  en la escoria con otros componentes  $M'$  del baño

(Mn + Fe O  $\rightleftharpoons$  Fe + Mn O) puede representarse

$$\frac{dM_x O_y}{dt} = K'_e g(M_x O_y) h'(M') A'_e$$

$K'_e$  constante

$h'(M')$  tasa de transferencia de la componente del baño  $M'$  en el acero fundido a la superficie de reacción

$A'_e$  Area de la superficie de reacción

Si la producción de escoria y la transferencia de carbono



en el acero fundido tiene una buena reproductividad,  
se puede obtener la ecuación

$$\begin{aligned}
 - \frac{dc}{dt} &= - \left( \left[ \frac{dc}{dt} \right]_d + \left[ \frac{dc}{dt} \right]_e \right) \\
 &= K_d F_0 f(C) A_d + K_e g(MxOy) h(C) A_e \\
 &= F(C)
 \end{aligned}$$

De aquí que la tasa de descarburación R puede ser  
representada como una función del contenido de carbono C  
en el baño.





centro de educación continua  
facultad de ingeniería, unam



INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO DE PLANTAS  
SIDERURGICAS

CABLEADO

ING. LUIS R. OLIMON G.

C A B L E A D O

I N D I C E

1. INSTRUMENTOS ELECTRONICOS
- 1.1 INTRODUCCION
2. GENERALIDADES
3. OPERACION
4. SISTEMAS DE ALAMBRADO
5. CONCLUSION
6. BASES DE SEGURIDAD
7. INTERCONEXION
8. SICARTSA

Ing. Luis R. Olimón G.

## 1. INSTRUMENTOS ELECTRONICOS

### 1.1 INTRODUCCION

Los instrumentos electrónicos han sido diseñados por los fabricantes para interconectarlos en circuitos o sistemas de control en los procesos industriales; — fácilmente, sin problemas encontrados por incompatibilidad, ya que todos están diseñados y construidos bajo las normas de cada país, pero apegados a las comisiones internacionales.

### 2. GENERALIDADES

Los instrumentos electrónicos fueron introducidos por el año de 1950, y desde entonces se ha incrementado su popularidad debido a que la distancia entre el cuarto de control y los transmisores ha aumentado, igualmente con los procesos modernos; requiriendo una respuesta más rápida de los sistemas de control. Con la introducción de estos equipos, la prevención de explosiones fue la primera consideración que se tuvo en las plantas que contienen atmósferas peligrosas.

Para prever lo anterior se requirió que el alambrado de interconexión fuera a través de tubos conduit rígidos y caja contra explosión como práctica normal. Pero esto es caro, dificultando su instalación y su mantenimiento; la principal falla en estos sistemas es que el simple error humano puede crear la posibilidad de una gran explosión. Esto puede ocurrir si se falla al apretar correctamente la tapa de una caja contra explosión, no desconectar el suministro de corriente antes de quitar la tapa; estos son algunos de los ejemplos que pueden causar explosión en una planta.

Debido a la necesidad de tener en los procesos mayor número de variables y otras tantas controladas en los tableros de los cuartos de supervisión, los fabricantes redujeron el tamaño de los equipos para satisfacer el concepto de alta densidad, basados en que los elementos electrónicos que los componen cada vez son más reducidos de tamaño, y siendo así se reduce el costo de los tableros, ahorra tiempo al operador, aumentando su eficiencia al mantener las indicaciones y controles a su alcance.

### 3. OPERACION

RESUMIDA:

Los instrumentos electrónicos actuales operan con bajo voltaje requiriendo todos los dispositivos 24 volts. de corriente directa; lo cual reduce el peligro de exponer al personal de operación y mantenimiento a circuitos de alambrado tanto en el tablero como en el campo. La corriente de interconexión de estos instrumentos es en todo momento de 4 a 20 ma en C.D., ó de 1 a 5 V. en C.D. según sea seleccionado. Las señales de interconexión con los instrumentos de campo se puede seleccionar entre las disponibles: 1-5, 0-10, 0-20, 4-20, ó 10-50 mA., comúnmente. Independientemente del valor de la señal externa todos los indicadores, registradores, controladores y sus auxiliares operan internamente con una señal entre 0 y 5 volts en C.D. y usan un divisor adecuado y conectado en las terminales de entradas, esa señal es referida a un común y es usada para llevar la misma información analógica con una conexión en paralelo de un solo alambre a otros elementos del circuito.

Debido a su alta impedancia, pueden conectarse varios receptores en paralelo sin causar pérdidas de precisión y estos pueden conectarse y desconectarse sin necesidad de protección.

### 4. SISTEMAS DE ALAMBRADO

Convencionalmente los transmisores necesitan de sistemas de cuatro alambres para su funcionamiento, dos para el suministro de corriente y dos alambres más para transmitir la señal de salida. En una planta de dimensiones grandes e instrumentada, la instalación de sistemas con cuatro alambres es inconveniente y costoso.

Algo se puede salvar con el uso de sistemas de tres alambres (un conductor común); pero lo ideal y la más económica solución es el uso de sistemas de transmisión e interconexión a base de dos alambres. - Donde un par de alambres simultáneamente lleva el suministro de corriente para alimentar el circuito electrónico del transmisor y la señal de medición.

EN sistemas operados con una señal de transmisión de 4-20 mA., — al transmisor se le puede considerar como una resistencia variable que altera la señal de corriente entre 4 y 20 mA., proporcional a la variable medida. Con señal cero de entrada en el sensor primario el transmisor desarrolla 4 mA. de corriente; esto ayudará para checar fácilmente el cero y/o ajustarlo y también para facilitar o simplificar las facilidades para los sistemas anunciadores de alarma.

La fuente de suministro de corriente para estos sistemas de transmisión e interconexión de señal con dos alambres generalmente — y es preferible — que sea en unidades separadas que puedan instalarse en la parte de atrás de los tableros en los cuartos de supervisión y/o control, esto es un marcado contraste con otros sistemas que cuentan con otras fuentes de suministro separadas en cada instrumento de tablero y algunas veces en el mismo transmisor.

#### 5. CONCLUSION

- \* Un par de alambres llevan la señal de medición y el suministro de corriente para la operación del circuito del transmisor.
- \* Este sistema no requiere suministro de corriente en el campo.
- \* Sistema que requiere corriente directa baja, permitiendo el uso normal de baterías de emergencia como suministro de corriente.

#### 6. BASES DE SEGURIDAD

La seguridad intrínseca es un concepto de seguridad acerca de la ignición, y esta guía básica de lineamientos de estos sistemas en E.U.A., está aplicada en la publicación de la ISA-RP-12.2., y aprobada por O.S.H.—1970. En Canadá y Europa se encargan de la responsabilidad para esta decisión.

Cualquier juego de condiciones particulares y una cantidad mínima de energía es necesaria para provocar ignición, un sistema "intrínsecamente" seguro es un sistema diseñado de tal forma que no produzca esa mínima cantidad de energía.

Los transmisores electrónicos cuentan con estos requerimientos de seguridad ya que su circuito está diseñado para realizar una energía de aproximadamente 20 micro Julios de sus condensadores o inductores presentes en la tablilla del circuito.

Estos instrumentos electrónicos son 100% compatibles con computadoras ya sea como control con computadora de supervisión o control digital directo.

Siendo su construcción modular, todos sus componentes en los instrumentos para tablero son del tipo enchufable, con lo cual se reduce el costo de partes, se ahorra el tiempo para reemplazar unidades defectuosas, y así mismo baja el costo de reemplazar una unidad total de control.

## 7. INTERCONEXION

Para interconectar un sistema con instrumentos electrónicos descritos, la práctica y la teoría, recomienda que se haga con pares torcidos del número 18 a 22 (AWG) de calibre del cable, para todas las líneas de transmisión.

Generalmente las reglas para alambrear un sistema entre el campo y/o los cuartos de control <sup>se usan</sup> los métodos convencionales mecánicos para soportar el cableado, usando soportes y conduits, pero solo para proteger los cables pero no por seguridad. Cables de un par o de varios pares blindados o no blindados pueden ser usados; pero es buena práctica usar blindaje y este conectado a tierra.

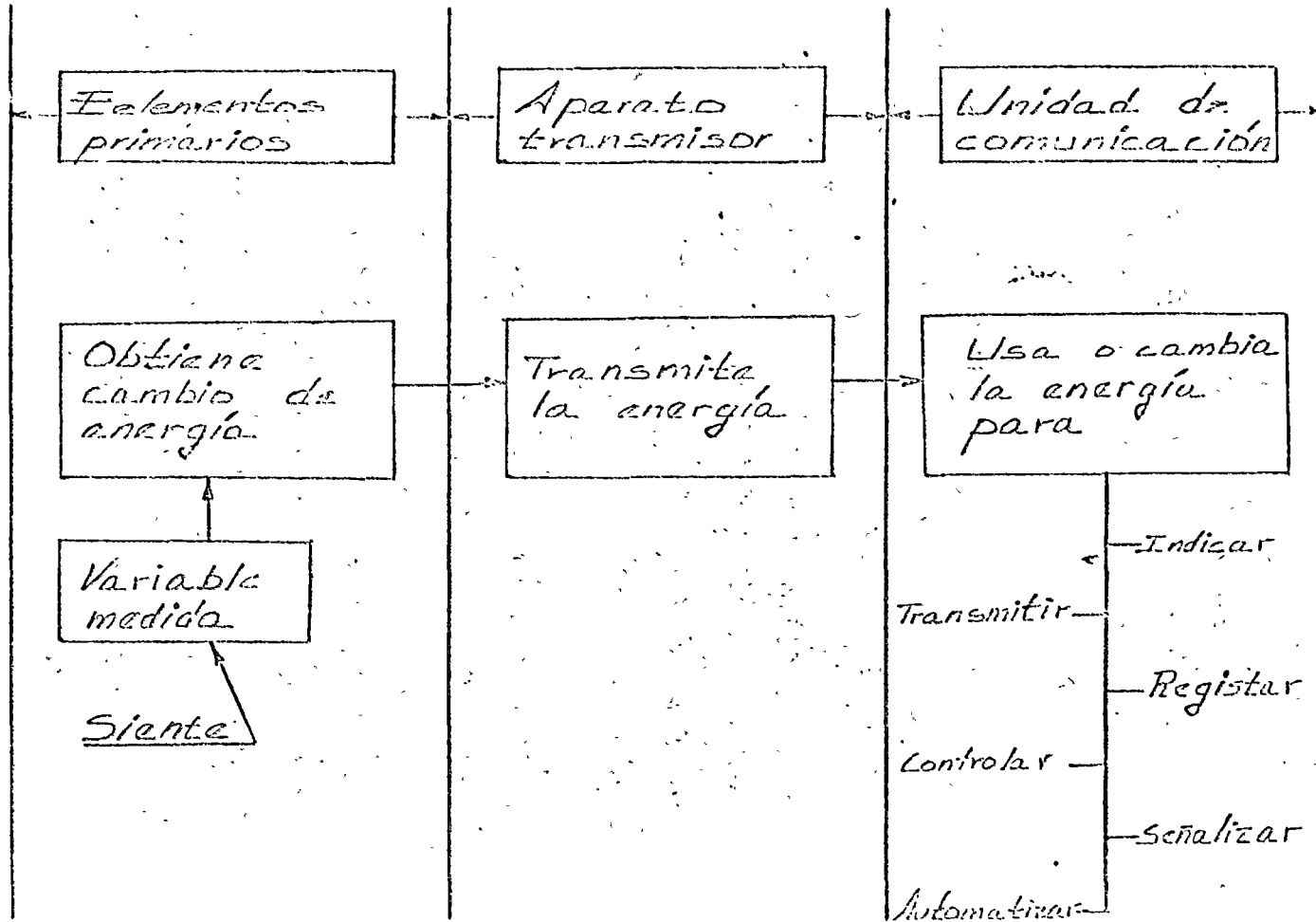


8. SICARTSA para interconectar la instrumentación electrónica en el proyecto SICARTSA, se especificó el siguiente cable:

Pares	2, 6, 10, 15, 20
Calibre	18 AWG- formado por 16 - hilos de cobre para formar un sólo cable.
Forro individual	Aislamiento de PVC.
Torcido c/d par	12 espiras por metro lineal.
Blindaje electroestático	Tira de aluminio de 1 milésima de espesor, con base de mylar de 2 milésimas de espesor, aplicada sobre los pares del conjunto helicoidalmente con un traslape del 25%, y un alambre de sangría calibre No. 18 AWG en contacto con la tira de aluminio.
Forro Total	Aislamiento de PVC.



# Sistema de medida



## Elementos Convertidores (Transductores)

Un elemento o dispositivo que recibe información en la forma de una cantidad física y la convierte en información en la forma de la misma o diferente cantidad física, recibe el nombre de "Elemento convertidor."

Esta definición general se aplica a las clases específicas de dispositivos, tales como, Elementos primarios, Transductores de señal y Transmisores o transmisidores.

Ref.: ASA C25.1

"Elemento Primario (Detector o sensor)."- El primer elemento de un sistema que responde cuantitativamente a la variable medida y efectúa la operación inicial de la medición.

En esta forma el elemento primario efectúa la conversión inicial de la energía de medición.

En algunos transmisores que no usan "elementos primarios" externos, la porción sensora es el "Elemento primario"

"Transductores de señal".- Son elementos convertidores que convierten una señal de transmisión estandarizada en otra

"Transmisores".- Son elementos primarios que responden a una variable medida por medio de un elemento sensor y la convierten a una señal de transmisión estandarizada que es una función únicamente de la medición.

Distinguir entre una variable medida: Temp. ó R.P.M.  
y una señal medida: mV ó V

## Simultaneous Heat and Mass Transfer I

### Psychrometry

PSYCHROMETRY refers mainly to the systematized knowledge of the properties of air and water, but its broader meaning includes the principles which govern the properties and behavior of mixtures of the so-called "fixed" gases with condensable vapors.

The system of air and water is important, not only with regard to air conditioning for physiological comfort, but also with regard to water cooling and drying. There are frequent opportunities to apply psychrometric principles to other systems in connection with problems of solvent recovery and the removal of organic vapors. Examples of this are in the dry-cleaning industry where recovery of the Stoddard's solvent, carbon tetrachloride, and other valuable materials is essential for economical operation. Again there are cases where it is desired to recover organic vapors but at the same time to prevent air from coming in contact with these vapors because of the explosion and fire hazard. In such cases the carrier gas may be nitrogen, or a flue gas, instead of air. All these operations are concerned with the vapor-carrying capacity of the carrier gas and with the engineering variables which affect this capacity.

#### DEFINITIONS

The following definitions are consistent and avoid the present confusion in psychrometric terminology.

The *mixing ratio* or mass ratio  $Y$  expresses the mass of one component carried by unit mass of the vapor-free gas.

The *humidity ratio*  $\mathcal{H}$  expresses the mass of water vapor carried by unit mass of dry air. The same symbol,  $\mathcal{H}$ , may be used to express the mass ratio for other systems by special designation as "ethanol humidity."

The term *humidity* is normally restricted to water vapor in air.

The humidity of any ideal gas is related directly to the partial pressure of the vapor being carried,

$p$  = partial pressure of the vapor.

$P$  = total pressure of the gas-vapor mixture.

$M_v$  = molecular weight of the vapor.

$M_g$  = molecular weight of the gas.

$$\mathcal{H} = \left( \frac{p}{P - p} \right) \left( \frac{M_v}{M_g} \right) \quad (571)$$

The *saturated humidity*  $\mathcal{H}_s$  of a gas-vapor mixture expresses the pounds of vapor carried by 1 lb of vapor-free gas when the vapor is in equilibrium with liquid (condensed vapor) or solid (as ice) at the temperature and pressure of the gas.

$$\mathcal{H}_s = \left( \frac{p_s}{P - p_s} \right) \left( \frac{M_v}{M_g} \right) \quad (572)$$

where  $p_s$  = saturated partial pressure or vapor pressure of the condensed vapor.

The *relative saturation*  $S$  is the ratio, usually expressed as a percentage, of the pounds of vapor carried by 1 lb of dry carrier gas at any given conditions to the pounds of vapor carried by 1 lb of dry

is which in equilibrium with water or other liquid under the same conditions of temperature and pressure.

$$s = \frac{\mathfrak{E}}{\mathfrak{E}_s} = \frac{\left(\frac{p}{P-p}\right)\left(\frac{M_v}{M_c}\right)}{\left(\frac{p_s}{P-p_s}\right)\left(\frac{M_v}{M_c}\right)} = \frac{p}{P-p} \frac{P-p_s}{p_s} \quad (573)$$

The *relative partial pressure* is the ratio of the partial pressure of the vapor to the vapor pressure of the liquid at the same temperature.

$$\text{Relative partial pressure} = \frac{p}{p_s} \quad (574)$$

In the past the relative partial pressure and the relative saturation have both been referred to as relative humidity, and care must be taken to avoid confusion with relative saturation.

The relationship between relative partial pressure and relative saturation is indicated as follows:

$$\text{Relative partial pressure} = s \left( \frac{P-p}{P-p_s} \right) \quad (575)$$

The *dry volume*  $V_g$  is the volume in cubic feet occupied by 1 lb of the carrier gas. For ideal gases,

$$V_g = \frac{(359)T}{PM_g(492)} = \frac{0.73T}{PM_g} \quad (576)$$

where  $T$  = temperature [ $^{\circ}\text{R}$ , ( $^{\circ}\text{F} + 460$ )].

$P$  = pressure (atm).

The *humid volume*  $V_{\mathfrak{E}}$  is the volume of moist gas per unit mass of dry gas. It is the volume occupied by 1 lb of the carrier gas and the vapor carried by it. For ideal gases,

$$V_{\mathfrak{E}} = V_g + \mathfrak{E} \left( \frac{0.73T}{PM_v} \right) \quad (577)$$

$$= \frac{0.73T}{P} \left( \frac{1}{M_c} + \frac{\mathfrak{E}}{M_v} \right)$$

The *saturated volume*  $V_s$  is the volume occupied by 1 lb of the carrier gas and the vapor which saturates it.

$$V_s = \frac{0.73T}{P} \left( \frac{1}{M_c} + \frac{\mathfrak{E}_s}{M_v} \right) \quad (578)$$

The *humid heat*  $s$  of a gas-vapor mixture is the energy required to raise the temperature of 1 lb of the carrier gas and its accompanying vapor,  $1^{\circ}\text{F}$

at constant pressure. Thus, if

$C_g$  = heat capacity of the carrier gas at the stated pressure (Btu/lb  $^{\circ}\text{F}$ ),

$C_v$  = heat capacity of the vapor at the stated pressure (Btu/lb  $^{\circ}\text{F}$ ),

$$s = C_g + \mathfrak{E}C_v \quad (579)$$

since the specific heats of the gas and vapor are additive.

The *enthalpy of the humid gas mixture*  $H$  expressed as Btu per pound of dry carrier gas is defined as follows, where the reference state for the vapor is the pure liquid at the reference temperature.

$$H = C_g(T - T_r) + \mathfrak{E}[C_v(T - T_r) + \lambda_r] \quad (580)$$

where  $T$  = temperature,

$T_r$  = reference temperature,

$\lambda_r$  = latent heat of vaporization of the vapor at temperature  $T_r$ ,

or

$$H = s(T - T_r) + \mathfrak{E}\lambda_r$$

HUMIDITY CHART

The most convenient method of handling psychrometric relationships makes use of the so-called humidity chart, which is simply a plot of the properties of the mixtures under consideration at a specified total pressure, usually one atmosphere. Figure 495 shows such a plot for the system air and ethyl alcohol, and Fig. 499 is a humidity chart for air and water. As indicated, the following properties are usually shown.

1. The humidity  $\mathfrak{E}$  as pounds of vapor per pound of dry gas is plotted against temperature with lines of constant relative saturation. This relationship is shown by the family of curves beginning in the lower left-hand corner of the plot and sloping upwards to the right, each curve being labeled according to its relative saturation (equation 575).

2. The specific volume of dry and saturated carrier gas expressed as cubic feet per pound of dry carrier gas is plotted as a function of temperature in degrees Fahrenheit. Only the two curves for the dry volume (equation 576) and the saturated volume (equation 578) are usually shown. Specific volumes of gas-vapor mixtures when not saturated may be evaluated by a linear interpolation between these lines. These curves are labeled dry volume (or specific volume) and saturated volume, respectively.

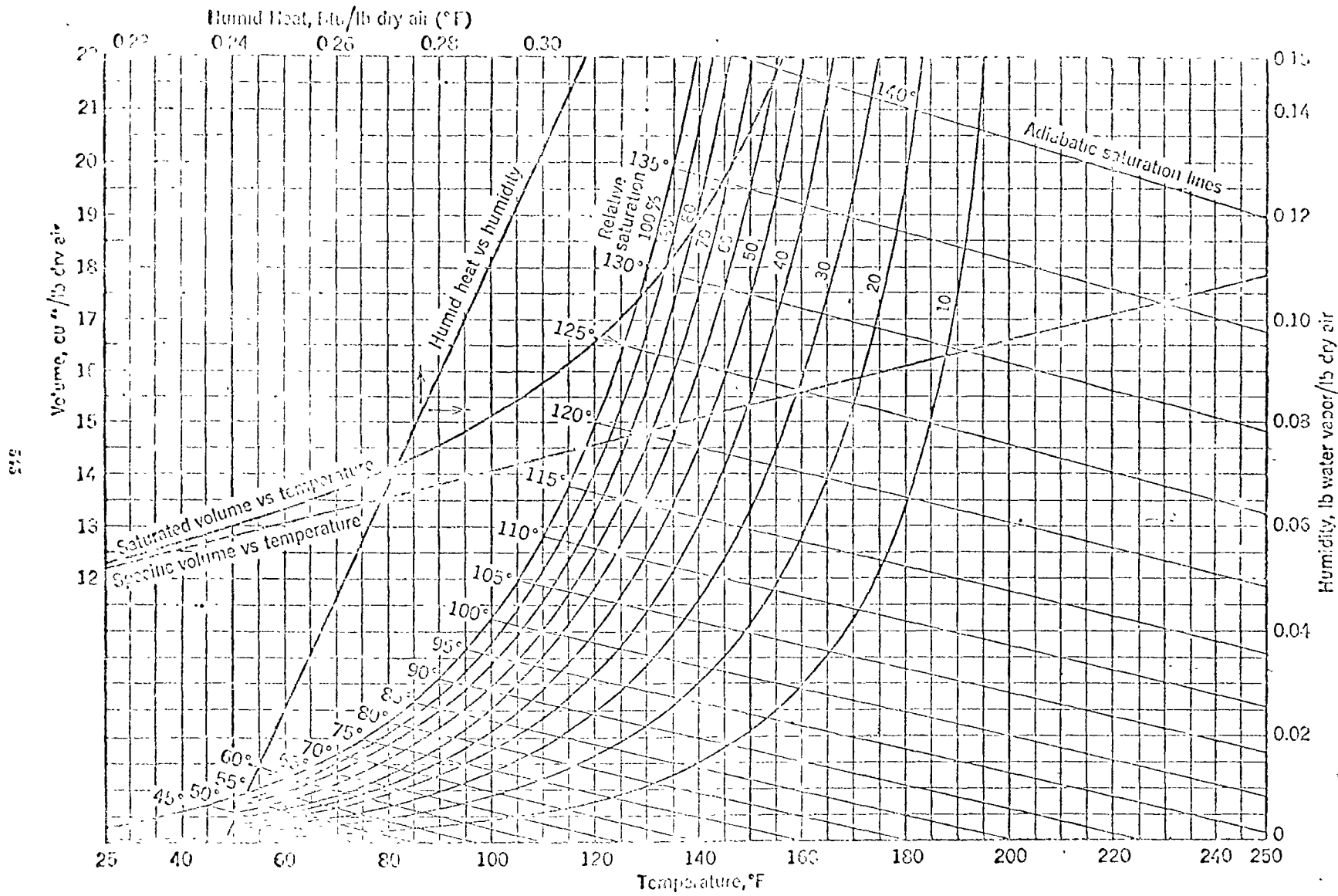


FIG. 499 Humidity chart for the air-water system<sup>55</sup>

3. The latent heat of vaporization of the vapor, expressed as Btu's per pound of vapor, is plotted against temperature in degrees Fahrenheit. This curve is labeled latent heat of vaporization.

4. The humid heat, expressed as Btu's per pound of dry carrier gas per degree Fahrenheit is plotted as a function of humidity expressed as pounds of vapor per pound of dry carrier gas. This curve is labeled humid heat (equation 579).

5. The enthalpies (total heat) of dry and of saturated carrier gas, expressed as Btu's per pound of dry carrier gas, referred to dry gas and liquid at 0° F are plotted as functions of temperature in degrees Fahrenheit. As with specific volumes, only the two curves for dry and saturated carrier gas are shown, labeled as enthalpy of dry and of saturated carrier gas, respectively (equation 580). Enthalpies of mixtures of intermediate humidities may be evaluated by a linear interpolation between these curves.

6. Adiabatic cooling curves appear as a family of lines plotted as humidity expressed as pounds of vapor per pound of carrier gas against temperature in degrees Fahrenheit. These families of curves both begin at the 100 per cent humidity curve and slope downward to the right. The basis for these curves was discussed in the derivation of equation 474.

The wet- and dry-bulb temperature measurements of a carrier gas and vapor mixture furnish a convenient and reasonably accurate means of evaluating the humidity. They illustrate an important application of a process involving simultaneous heat and mass transfer.

The *dry-bulb temperature* of a gas and vapor mixture is that obtained by placing the dry bulb of the thermometer in contact with the gas and allowing them to come to equilibrium.

The *wet-bulb temperature*  $T_w$  is obtained by covering the bulb of the thermometer with an absorbent wick saturated with the liquid phase corresponding to the vapor in the mixture. When gas not saturated with vapor is passed rapidly over the wick, vaporization of liquid occurs, producing a cooling effect, and as soon as the wick cools to a temperature below that of the gas-vapor mixture heat is transferred to the wick. The wet-bulb temperature is that obtained when the process comes to the dynamic equilibrium or steady state at which the heat transferred to the wick from the gas is equal to the increase in enthalpy of the liquid vaporized. This process may be described mathematically by equating the rate of heat transfer to the rate of mass

transfer multiplied by the increase in enthalpy between a pound of the liquid on the wick and a pound of the vapor in the gas, so that

$$h_g A (T - T_w) = [\lambda_{T_w} + C_v (T - T_w)] [k_g A M_v (\rho_w - p)] \quad (581a)$$

For practical purposes equation 581a may be written

$$h_g A (T - T_w) = \lambda_{T_w} k_g A M_v (\rho_w - p) \quad (581)$$

when  $T_w$  = temperature of the wick or wet-bulb temperature (°F).

$p_w$  = vapor pressure of the liquid at  $T_w$  (atm).

$T$  = gas temperature (°F).

$p$  = partial pressure of the vapor in the gas-vapor atmosphere mixture (atm).

$h_g$  = heat transfer coefficient [Btu/(hr)(°F)(sq ft)].

$k_g$  = mass transfer coefficient [lb moles/(hr)(sq ft)(atm)].

$A$  = interfacial area (sq ft).

$M_v$  = molecular weight of the vapor.

$\lambda_{T_w}$  = latent heat ( $\Delta H$ ) of vaporization at  $T_w$  (Btu/lb).

Rearranging equation 581

$$p = p_w - \frac{h_g}{k_g M_v \lambda_{T_w}} (T - T_w) \quad (582)$$

Equation 582 may be used to calculate the partial pressure of the vapor in the gas-vapor mixture from the wet-bulb depression ( $T - T_w$ ), provided that the term  $h_g/k_g M_v \lambda_{T_w}$  is known. This term is approximately a constant for a given system so that for each value of  $p$  and  $T$  there is a unique wet-bulb temperature  $T_w$ . Solving equation 571 for  $p$ ,

$$p = \frac{(M_g/M_v) \mathcal{H} P}{1 + (M_g/M_v) \mathcal{H}} \approx \frac{M_g}{M_v} \mathcal{H} P \quad (583)$$

If  $\mathcal{H}$  is small,  $p \approx (M_g/M_v) \mathcal{H} P$  as indicated in equation 583. Combining equations 582 and 583,

$$\mathcal{H} = \mathcal{H}_w - \frac{h_g}{k_g M_v \lambda_{T_w}} (T - T_w) \quad (584)$$

where  $\mathcal{H}_w$  = saturated humidity at the wet-bulb temperature  $T_w$ .

Equation 584 represents a family of parallel wet-bulb curves on the humidity chart which may be used



to determine humidity from wet- and dry-bulb temperature measurements in the same way that the adiabatic cooling lines are used. Knowing the value of  $T_w$  and consequently  $\mathcal{H}_w$  on the saturation line the wet-bulb line is followed downward and to the right to the intersection of the ordinate corresponding to  $T$ . This locates the humidity  $\mathcal{H}$ .

In the specific case of air and water at temperatures up to about 150° F, the wet-bulb curves are practically coincident with the adiabatic cooling curves because the term  $h_g/k_g M_g P$  is practically equal to the term  $s$  in the adiabatic cooling equation 474. Under these circumstances, the adiabatic cooling curves may be used as wet-bulb lines.

The wet-bulb temperature of the mixture represented by the point *A* in Fig. 500 is  $T_{w1}$  as given by

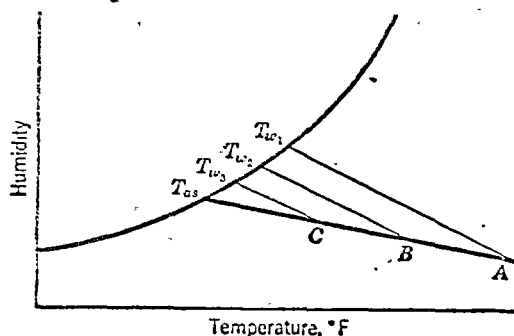


FIG. 500. Diagram showing construction of adiabatic lines on humidity chart.

equation 584. If the mixture represented by the point *A* is fed to an adiabatic humidifier, its properties will follow the path  $AT_{ws}$  as given by equation 474. When the mixture has reached the condition represented by the point *B*, its wet-bulb temperature will have decreased along the saturation curve to  $T_{w2}$ , and at point *C* the wet-bulb temperature will have decreased to  $T_{w3}$ . Since the wet-bulb temperature and the adiabatic saturation temperature are both on the saturation curve, when the original mixture becomes saturated, its wet-bulb temperature becomes equal to the adiabatic saturation temperature.

There are relatively few experimental data on wet-bulb temperature for systems other than air and water. These data are summarized in Table 59.

The values of  $h_g/k_g M_g P$  for systems where no experimental data are available can be estimated from the *j* factor analogy between heat and mass transfer. According to equations 504a and 505a

where heat and mass transfer occur across the same path,

$$j = \frac{k_g M_{avg} P}{G_g} \left( \frac{\mu}{\rho D_G} \right)^{3/4} = \frac{h_g}{C_P G_g} \left( \frac{\mu C_P}{k_g} \right)^{3/4} \quad (585)$$

In the equation for the *j* factor the average molecular weight of the flowing stream  $M_{avg}$  is used. If the humidity  $\mathcal{H}$  is small, the average molecular weight of the flowing stream is approximately equal to  $M_g$ , and equation 585 may be simplified as

$$\frac{h_g}{k_g M_g P} = C_P \left( \frac{\mu / \rho D_G}{C_P \mu / k_g} \right)^{3/4} \quad (586)$$

Values calculated from equation 586 are shown in the last column of Table 59.<sup>43</sup>\*

TABLE 59. SUMMARY<sup>43</sup> OF VALUES OF  $h_g/k_g M_g P$  CALCULATED FROM WET-BULB DETERMINATIONS IN AIR.\*

Vapor	Mark <sup>45</sup>	Sherwood and Comings <sup>46</sup>	Awbery and Griffiths <sup>47</sup>	Milpert <sup>29</sup>	Arnold <sup>1</sup>	Calculated from <i>j</i> Factor Analogy
Benzene	0.41	0.40	..	0.46	....	0.41
Bromobenzol	..	..	..	0.46	....	0.47
Carbon tetrachloride	0.44	0.50	..	0.50	....	0.46
Chlorobenzene	0.44	....	..	0.51	....	0.45
Ethyl acetate	0.42	....	..	..	..	0.46
Ethylene bromide	..	....	..	0.53	....	0.47
Ethylene tetrachloride	0.50	....	..	..	..	0.51
Ethyl propionate	..	....	..	..	0.50	0.46
Methyl alcohol	..	....	..	..	0.35	0.31
n-Propyl acetate	....	0.52	..	..	..	0.51
Propyl alcohol	..	..	..	..	0.43	0.41
Toluene	0.44	0.50	..	0.46	0.50	0.47
Water	0.26	0.29	0.30	..	0.27	0.24

\* The values tabulated have not been corrected for radiation from the surroundings, since in most cases the conditions of the tests were not sufficiently well described to make this correction with any accuracy. Mark's data<sup>45</sup> were obtained with high air velocities, and the correction is negligible; the radiation correction would reduce Arnold's experimental values<sup>1</sup> by 12 to 16 per cent.

THE INTERACTION OF AIR AND WATER

The evaporation of water into air for the purpose of increasing the air humidity is known as humidification. Closely allied to this is the evaporation of water into air for the purpose of cooling the water. Dehumidification consists of condensing water from air to decrease the air humidity. All these processes are of considerable industrial importance and involve the contacting of air and water accompanied by heat and mass transfer.

\* The bibliography for this chapter appears on p. 575

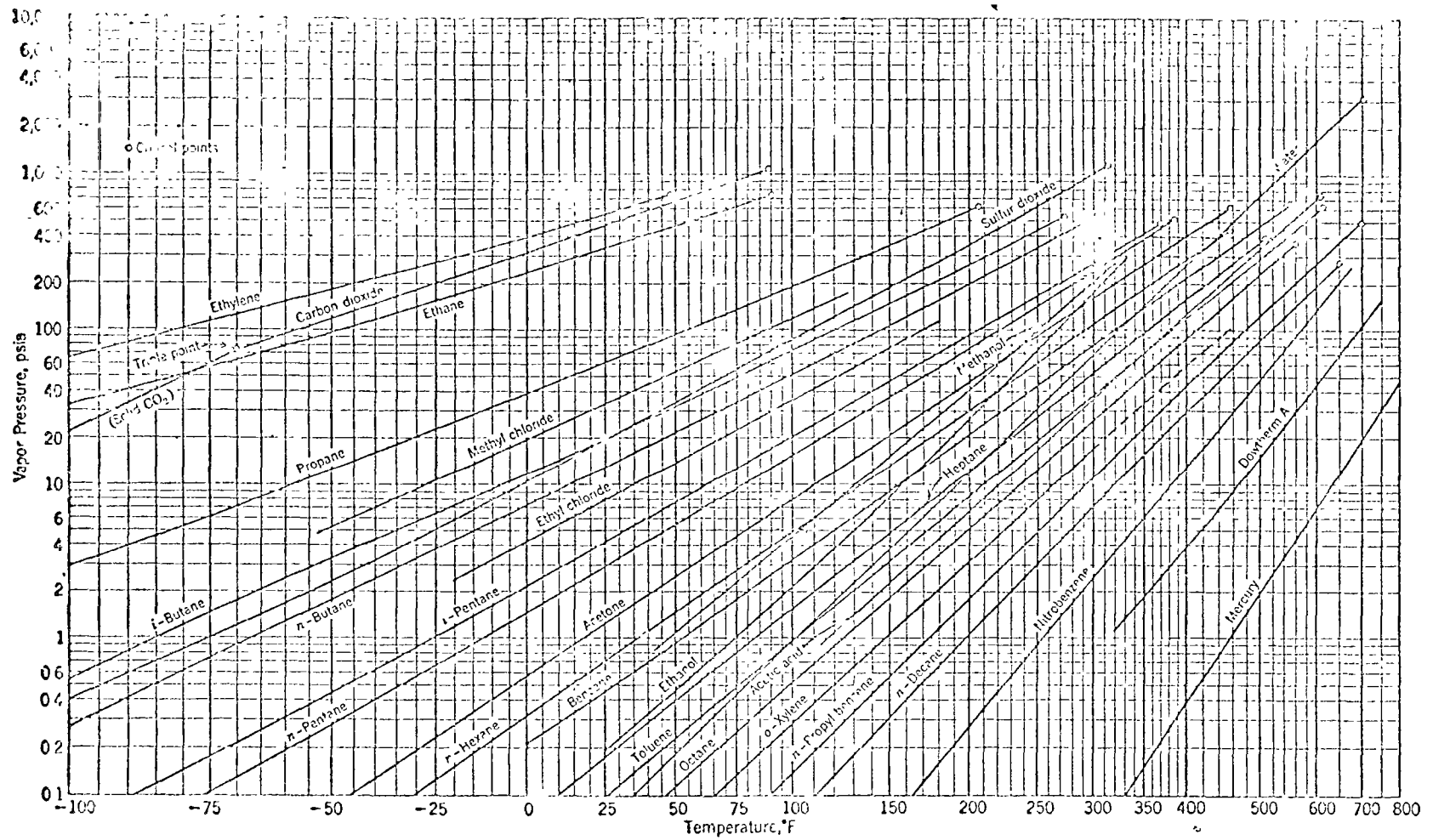


FIG. 513. Vapor pressure as a function of temperature.

# Coke Moisture Measurement

by M. H. Schmidt, C. C. Oshinski, and J. A. Laslo

Over the years control of iron analysis has been a continuing problem at most blast furnace plants. At Johnstown the desire for ever closer net metal sulfur control has led to the development and ultimate production use of new methods and instrumentation to aid the blast furnace operator in achieving this aim.

The requirement for improved control methods is perhaps more pronounced at Bethlehem Steel's Johnstown operation in comparison to many other plants. Historically this plant, because of a geographical location which provides local coal availability, has been supplied relatively high sulfur coke. Over recent years coke sulfurs have ranged from 1.04% to 0.83. Iron sulfur control problems have been compounded by gradual reductions in burden gangue material resulting in a relatively low slag volume practice which on occasion reaches 450 lb of slag per ton of iron. The high slag sulfur loading, which seldom drops below 1.7% and can range as high as 2.1%, results in a furnace operation where even moderate drops in hearth heat

or slag basicity can cause severe periods of high sulfur iron.

First attempts to improve iron analysis control at Johnstown consisted of development and eventual production use of the quench method for rapid slag basicity determination and the immersion thermocouple for continuous measurement of iron temperature.<sup>1</sup> Use of these two control methods gave the operator early and accurate information as to which direction the furnace might be swinging. Thus the severity of high sulfur casts caused by a cool hearth or low slag basicity were reduced.

However, even with these new control methods frequent spells of high sulfur iron caused by cooling hearth conditions occurred. As these conditions generally persisted over the entire basic furnace line it was generally felt that large changes in the ore/dry coke ratio were occurring. Because the basic furnaces at Johnstown charge coke by weight the next area of investigation and eventual control was directed to coke moisture.

To suspect the variable coke moisture was a problem was one thing but to prove it was another. Perhaps the bane of a blast furnace operators' existence is the fact that the representative sampling of coke is an almost impossible task. While a 2-10 sample ton provided an adequate representation to determine the character of a 400-ton iron cast, a 100-lb sample has never been considered representative of an equivalent tonnage of coke. The problem, therefore, was to be able to sample and process sufficiently large quantities of coke to insure foolproof data regarding all facets of coke moisture variations.

Undaunted by this great sampling problem our research group designed and placed into operation sampling and drying equipment capable of handling approximately 450-lb of coke per hour. This represented a minimum of one tenth of 1% of the total coke plant production. The arrangement of the sampling and drying equipment is shown in Fig. 1 and 2. Briefly, six coke samples, one taken every 10 min, resulted in a composite coke sample of approximately 450-lb which was dried to determine coke moisture. This hourly coke moisture determination was conducted from Jan. 14-Apr. 3, 1963. The results of these tests are shown on Fig. 3 and clearly established the fact that severe coke moisture variations fre-

M. H. SCHMIDT and C. C. OSHINSKI are, respectively, superintendent and assistant to the superintendent, blast furnace dept., Bethlehem Steel Corp., Johnstown, Pa. J. A. LASLO is supervisor, ironmaking, research dept., Bethlehem Steel Corp., Bethlehem, Pa.

## DETERMINATION OF THE COKE MOISTURE VARIABLE

Short of being repetitive at this point we will make frequent reference to the paper by K. H. Gee and J. A. Laslo, which was presented at the 1964 Ironmaking Conference.



Fig. 1—View showing conveyor discharge, trough-shaped sampling and vibrating screen.

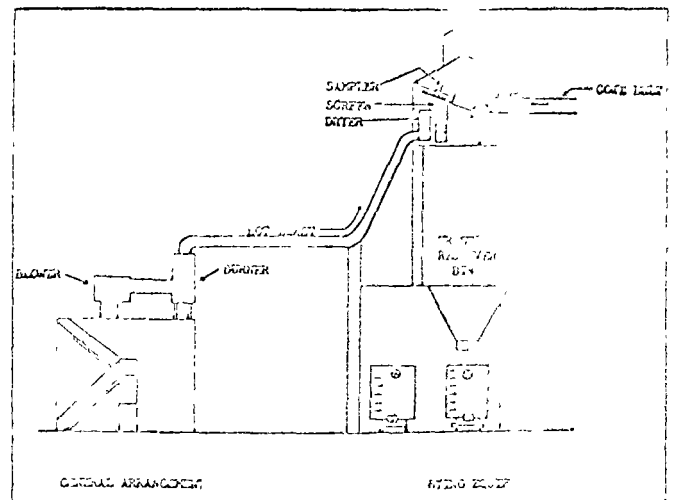


Fig. 2—General arrangement of mechanical sampling and drying equipment.

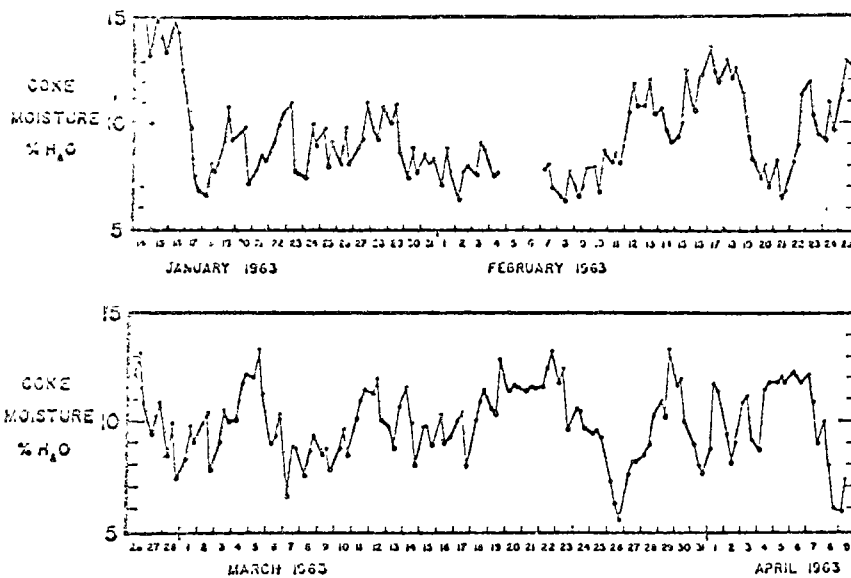


Fig. 3—Coke moisture contents determined using mechanical sampling and drying equipment. Severe variations frequently occurred during this period.

quently occurred. Coke moisture variations not only occurred hour to hour but trends over shifts and days resulted in long periods when the furnace ore/dry coke ratio was seriously swinging.

#### THE NUCLEAR COKE MOISTURE GAGE

After establishing the fact that variable coke moistures were indeed a problem, it was also quite obvious that the large and costly coke sampling and drying procedure could not be used as a production tool. Indeed, the research group, after performing this task for the before mentioned period, was completely fatigued not to mention their unrecognizable state after working on top of a coke receiver for this period.

To our knowledge, a nuclear moisture gage had never been used

(in this Country) to determine coke moisture. It was quite obvious that the successful use of this gage was imperative if eventual production control of coke moisture was ever to be accomplished.

In July 1963, a nuclear coke moisture gage was installed on one of the weigh hopper bins at "L" blast furnace. This installation, shown in Figs. 4 and 5, is essentially unchanged today. This initial unit consists of a bulk density meter using gamma rays, a hydrogen density meter using neutron emission and a computer to calculate weight percent coke moisture from the ratios hydrogen density/bulk density.

#### GAGE CALIBRATION

To place the gage into actual on-line service required an extensive calibration period. Herein lies the

single significant obstacle to any adaptation of the nuclear gage measurement of coke moisture. Due to the nature of the processes involved in the nuclear measurements (mass absorption of gamma rays to determine bulk density and reflection of heavy neutrons to indicate hydrogen density) it is impossible to pre-calibrate the moisture gage. The exact particulars of the installation, such as distance from source to receiver and thickness and nature of housing materials, are included in the calibration factors. Similarly the subject material itself (in this case coke) must be available to insure that all its pertinent characteristics (such as contained hydrogen in residual volatile matter) are incorporated into the calibration. Thus it is rather well defined that calibration must be performed on the coke itself at the final installation location.

The actual calibration can be considered as "calibration by comparison." Specifically, it involves filling the weigh hopper or other type container on which the gage is mounted with coke of a known moisture and observing the hydrogen and density levels indicated. This action is repeated for cokes of various moisture contents until sufficient points are obtained to plot calibration curves for the instrument.

Two different methods can be employed in obtaining coke of known moisture for comparison with the gage. These are: 1) Produce a large quantity of coke of uniform known moisture for addition to the coke hopper or bin; and 2) Catch and dry representative samples of random moisture coke being added to the coke hopper.

Both methods of calibration work have been used at Johnstown. Our initial gage was calibrated by the former method using samples prepared with the sampling and drying

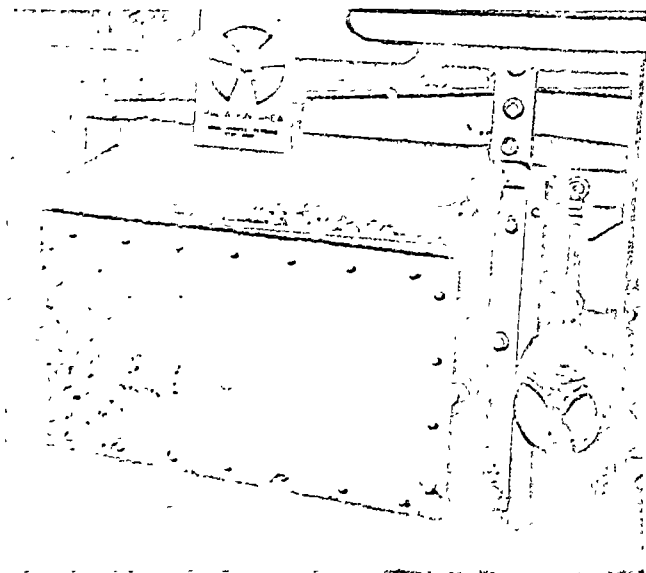


Fig. 4—View showing radiation sources mounted on coke weigh hopper.

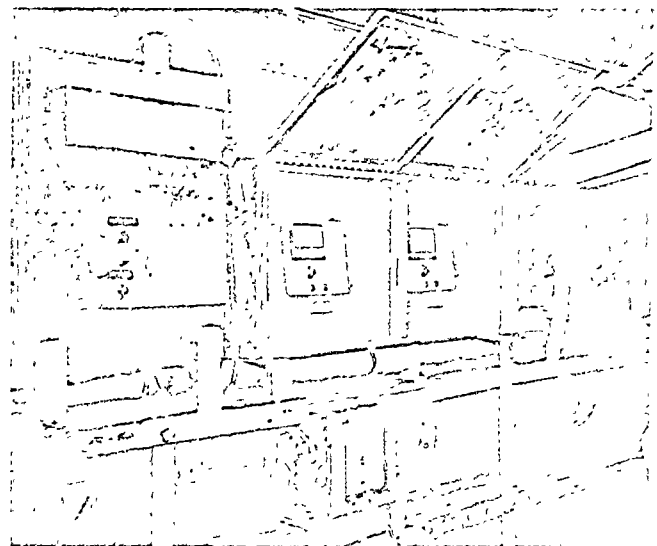


Fig. 5—Instrument package and print-out unit.

equipment previously installed by the research group.

### USE OF THE NUCLEAR GAGE

The day-to-day use of the nuclear gage is simple and straightforward. The gage automatically prints out the average coke moisture for 10 samples of coke which normally approximates 1 hr of full furnace operation. After 2 hr the two average coke moistures are themselves averaged by our stockhouse personnel. If this 2-hr average coke moisture is in variance to the previous average by a predetermined minimum, the natural coke weight is adjusted accordingly. An actual stockhouse coke moisture correction sheet is shown in Fig 6. It should be noted that the aim coke weight is for a 10% coke moisture and the coke weight adjustment varies above or below this point.

The 2-hr average coke moisture is also related via phone to the coke plant where the coke plant personnel use the information to adjust coke quenching practice.

Also to be noted on the correction sheet is that not only are "L" (where the gage is located) coke weights

corrected but also the coke on our "H" furnace, using the same data. The assumption here is that since both furnaces use coke from the same receiver, both furnaces should be charging coke of practically the same coke moisture at any given time.

### COKE MOISTURE LEVELS

As described, our method of correcting coke moisture at the skip is somewhat after the fact. Obviously the coke weight correction is determined from coke that has already entered the furnace. If we are correcting for 3% moisture coke for a 2-hr period and after that period we find that the coke moisture averages 16%, then we have indeed short changed the furnace 8% of her coke charge for a full 2 hr. This lag in our control is obvious and can be minimized by eliminating such disruptive coke moisture swings. At this point in our discussion we will describe pertinent coke plant operations at Johnstown and the variables that control coke moisture.

At Johnstown, there are two dis-

tinct operating coke plants. The Franklin works, consisting of three batteries, produces approximately 3550 tpd of coke for the basic furnaces. The coke from this plant moves directly via belt to a large coke receiver at the blast furnace trestle. From the coke receiver, transfer cars move the coke to the basic furnaces' central coke bins. The total elapsed time for the coke to move from the quencher station to the furnace skip is approximately 4 hr.

The second coke plant at Rosedale consists of two small Smet Solvay batteries producing approximately 1100 tpd of coke, and primarily supplies our ferromanganese furnace located at the Lower Works division of the plant. The coke produced at Rosedale moves to the furnace via railroad car and the elapsed time from quencher to furnace skip normally exceeds 36 hr.

The quenching practice at both coke plants is essentially the same. The coke is quenched with contaminated byproduct waste water and weak ammonia liquor. More specifically, the sources of the quench water are: 1) weak ammonia liquor; 2) closed final cooler gas systems; 3) tar still condensers and tar acid oil separator; 4) wash oil decanters; and 5) benzol storage tank dike area.

At this point it is interesting to note that at the operation where the coke has a longer elapsed time from quencher to furnace skip and the coke is allowed to cool to ambient temperature, the coke moisture level can be held quite low (3-4%) without causing a serious dust problem. Contrasting to this is the requirement for holding a moisture level of at least 8% on coke that is moved directly to the furnace. From our experience then, it is our normal practice to aim for a 10% coke moisture at our Franklin coke plant. This aim moisture generally allows reasonable handling conditions at our stockhouse area.

The variables that actually determine coke moisture are many. Such variables include the method of catching the coke in the quencher car, coke clean-up, plugged quencher sprays, etc. These are variables whose magnitude depends upon the operating disciplines of the coke plant personnel. Those variables which are readily apparent but can be provided a definite measure of operating control are as follows.

1. Quencher time: Normally the coke is quenched on a fixed time basis ranging from 120-140 sec. Normally a 5-sec reduction in quencher time will decrease coke moisture 1.5%.
2. Quencher water temperature: In this variable a variation of 7-8°F will change coke moisture by 1%. This variable has been greatly reduced by the

10-4-67

				COKE WEIGHT	
FRANKLIN BLAST FURNACES				H. FCC	L. FCC
JOHNSTOWN PLANT				24000	26400
2" FURNACE COKE MOISTURE				MOISTURE CORRECTED COKE	
TRG	READING	AVERAGE	AVG. MOIST (4 Readings)	24400	26800
2026	10 97	12 20		+400 = 24400	+400 = 26800
0028	12 43			Rd 4012 1/2%	Rd 8 @ 12 1/2%
0124	10 55	10 32		-200 = 24000	-200 = 26400
0222	10 22			Rd 2053 1/2%	Rd 2053 1/2%
0329	10 41	10 32		NO CHANGE	NO CHANGE
0436	10 24				
0520	12 26	10 77		+400 = 24400	+400 = 26800
0622	0 59			Rd 416 7 1/2%	Rd 32 @ 7 1/2%
0749	10 99	10 22		NO CHANGE	NO CHANGE
0746	10 21				
0949	12 34	10 41		-400 = 24000	-400 = 26400
1102	2 49			Rd 56 @ 11 1/2%	Rd 56 @ 11 1/2%
1200	8 57	9 42		NO CHANGE	NO CHANGE
1257	10 39				
1359	9 57	9 59		NO CHANGE	NO CHANGE
1456	9 62				
1555	4 09	9 22		-400 = 23600	-400 = 26000
1741	9 27			Rd 88 @ 6 1/2%	Rd 88 @ 6 1/2%
1830	10 20	10 49		+400 = 24000	+400 = 26800
1932	10 39			Rd 97 @ 7 1/2%	Rd 97 @ 7 1/2%
2020	10 19	11 94		+400 = 24400	+400 = 26800
2107	12 70			Rd 105 @ 11 1/2%	Rd 105 @ 11 1/2%
2005	11 28	11 19		+400 = 24400	+400 = 26800
2316	11 11			Rd 20 11 1/2%	Rd 36 4 1/2%
				21-7 Avg. = 10 92 Total WALTERS	
				7-3 Avg. = 10 07 Total OLLITSKY	
				3-22 Avg. = 10 72 Total ROONEY	
				7-22 Avg. =	

Fig. 6—Reproduction of a stockhouse moisture correction sheet.

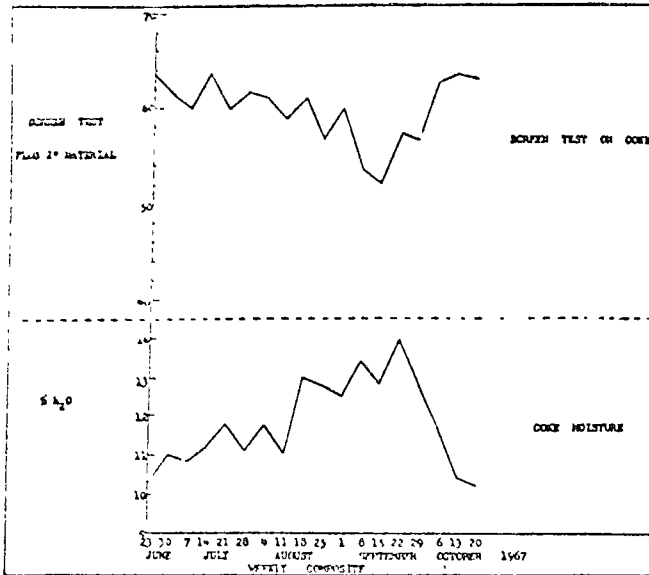


Fig. 7—Graph showing moisture increase with decreasing +2-in. coke.

installation of water level controls on both quench ponds eliminating instances where large amounts of cold water were added to recover quencher pond levels.

3. **Coke size:** Quite naturally, if the coke size decreases, the coke moisture will rise for constant quencher conditions. Fig 7 shows the gradual rise in moisture for a recent period when the percent plus 2-in coke was dropping.

As we have emphasized, it is well to recognize the many variables contributing to coke moisture. Over the past several years the coke plant operators have attempted to reduce these variables within the limitations of their equipment. Fig. 8 indicates the progress made by our coke works in improving coke moisture control.

#### RELIABILITY

Unfortunately, the use of the nuclear gage to determine coke moisture for furnace and coke plant use did not provide a panacea type solution to the problem. We were still dependent on perfect operation of the complex gage to provide all the data needed for day-to-day controls. In this respect the reliability of our first moisture gage was somewhat less than we had hoped for. These shortcomings were most often caused by failures in the electronic circuitry or the mechanical counter and print-out mechanism. Difficulty with the ionization chambers and other parts of the radiation sources and receivers was minimal. After con-

siderable searching, an electronic counter and print-out unit were procured for the gage. With these replacements in the system we have operated continuously for over one year with only two or three brief instrument outages.

In our quest for an improved gage for the second installation, we investigated a similar unit recently marketed by another manufacturer. This unit employs solid-state circuitry with an electronic counter and incorporates modular construction to facilitate maintenance and minimize outage. This second gage was installed and calibrated in March 1967 and has been "online" continuously without malfunction since that time.

Generally, it appears that our most recently procured unit has been designed with steel plant conditions in mind. Perhaps tying this unit directly to an automated charging control system might be effective. However, we still do not believe this degree of adjustment is necessary to provide effective control of the coke moisture variable.

#### THE SECOND NUCLEAR GAGE

As noted in March 1967 a second nuclear gage was installed on our ferromanganese furnace. This installation is of particular interest as this furnace has a coke weigh hopper with a configuration that allows reasonably accurate volume charging. Here it was possible to compare coke volume filling vs. coke weight filling. From our initial experience, it became quite obvious that volume filling is adequate as long as the coke bulk density is constant; but

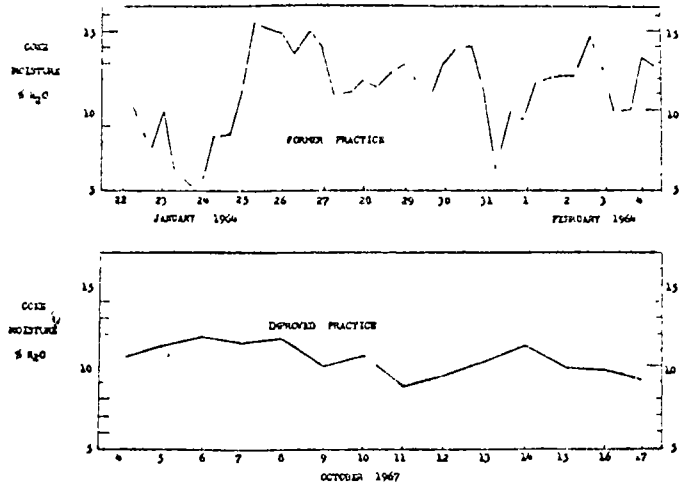


Fig. 8—Improvement in coke plant control of coke moisture.

alas, coke with constant bulk density seems as elusive as coke with constant moisture. At this time the second unit has reaffirmed our initial conclusion that coke charged by weight and corrected for coke moisture is the best known control scheme.

#### CONCLUSIONS

The use of the nuclear gage to accurately measure coke moisture has been successfully adopted to correct natural coke weights to the furnace and as a guide to the coke plant operators to reduce the variations in coke moisture. Accurate calibration of the nuclear gage is perhaps the main drawback of the installation. However, this instrument offers the only known practical method whereby the coke moisture variable can be reduced to reasonable proportions and has greatly aided process controls of the blast furnace.

#### Future Plans

At this point in our thinking, we have plans to install a third nuclear gage on our second operating basic furnace. This would eliminate the assumption that coke moisture at one furnace is the same as the next and also would insure control at all times by providing two sources of usable data.

#### REFERENCES

1. K. H. Gee: *AIIME Ironmaking Proceedings*, 1963, vol. 22, pp. 155-165.
2. K. H. Gee and J. A. Laslo: *AIIME Ironmaking Proceedings*, 1964, vol. 23, pp. 359-369.

Distribuidores Exclusivos:  
RODRIGUEZ SARO 424 TEL. 24-60-20  
MEXICO .2, D. F.

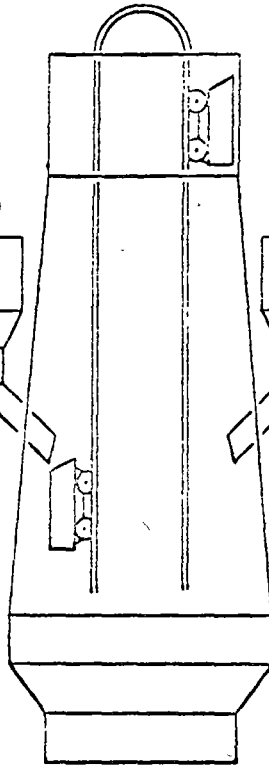
LEFT  
SIDE  
OF  
FURNACE

RIGHT  
SIDE  
OF  
FURNACE



SCREEN

SCREEN



MASS  
DENSITY  
MEASURE-  
MENT

HYDROGEN  
DENSITY  
MEASURE-  
MENT

HYDROGEN  
DENSITY  
MEASURE-  
MENT

MASS  
DENSITY  
MEASURE-  
MENT

%  
MOISTURE  
COMPUTER

HOPPER  
WEIGH  
SCALE

HOPPER  
WEIGH  
SCALE

%  
MOISTURE  
COMPUTER

MOISTURE  
DIGITIZER

DRY  
WEIGHT  
COMPUTER

WET  
WEIGHT  
DIGITIZER

WET  
WEIGHT  
DIGITIZER

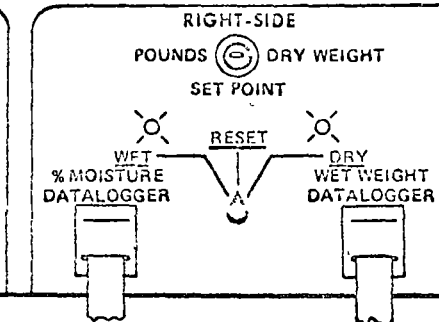
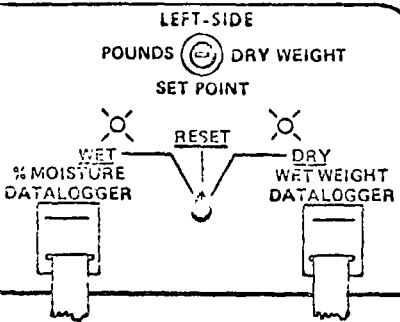
DRY  
WEIGHT  
COMPUTER

MOISTURE  
DIGITIZER

DRY  
WEIGHT  
CON-  
TROLLER

DRY  
WEIGHT  
CON-  
TROLLER

BLAST FURNACE DRY COKE  
1966 CHARGE AND DATA SYSTEM



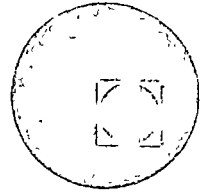
CONTROL PANEL



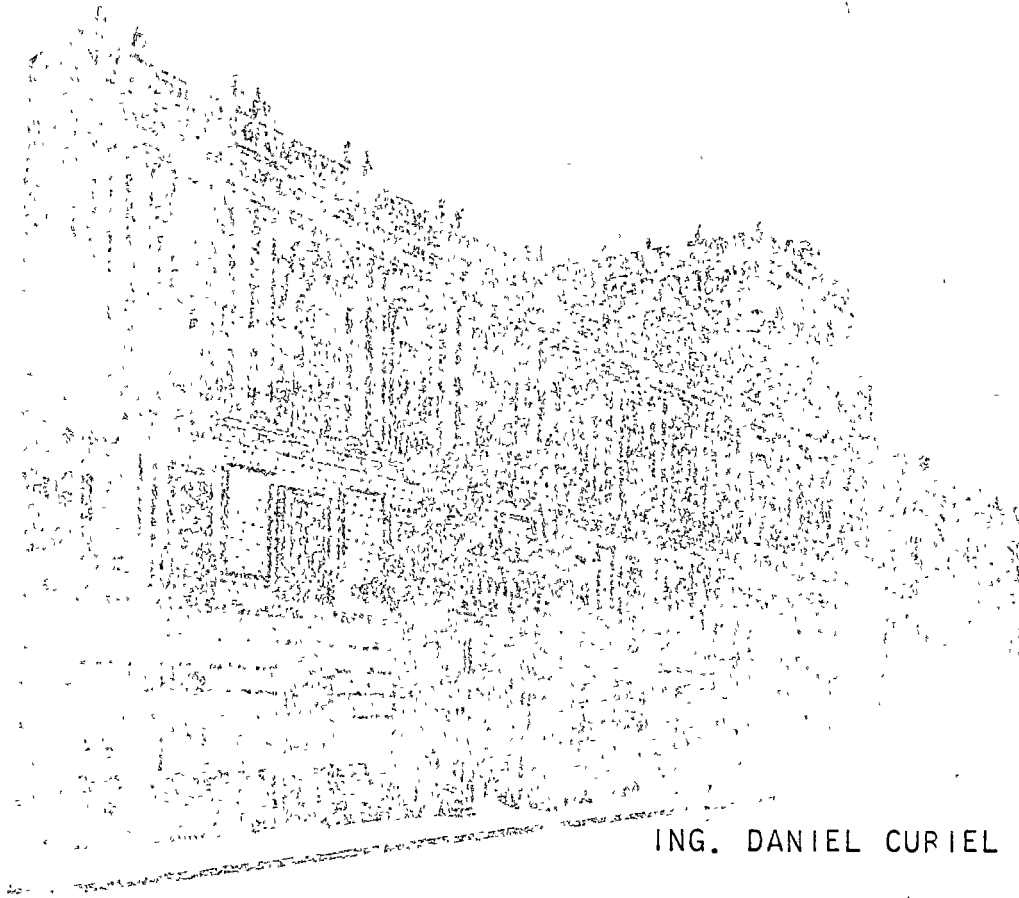




centro de educación continua  
facultad de ingeniería, unam



INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO DE PLANTAS SIDERURGICAS



ING. DANIEL CURIEL V.

PLANTAS DE TRATAMIENTO DE AGUA

Noviembre 1974

Ing. Daniel Cornejo W.

PLANTAS DE TRATAMIENTO DE AGUA

1.00.00 FUENTES DE SUMINISTRO

.01.00 BAJO TIERRA

El suministro de agua se toma directamente de fuentes bajo tierra, generalmente perforando los pozos y usando equipo de bombeo para elevar el agua a la superficie. El agua de pozo normalmente está libre de materia en suspensión, su temperatura es relativamente uniforme y de calidad constante. Sin embargo, es bastante dura (en sulfatos, carbonatos) y lleva sales de hierro, manganeso y en algunas ocasiones sulfuro de hidrógeno.

.02.00 DE SUPERFICIE

Estas fuentes, tales como ríos y lagos, están localizadas sobre la superficie de la tierra. El agua de los ríos tiene las impurezas naturales de todas las aguas y además otras impurezas como el lodo, productos químicos en áreas rurales, sal para el control de la nieve, contaminantes industriales, etc. Debido a que la adición de estos contaminantes es continua y gradual, su análisis no varía considerablemente. Sin embargo, en muchos ríos, las fuertes lluvias o los deshielos pueden causar grandes fluctuaciones en su turbidez.

En el agua de los lagos, naturales o artificiales, debido a su gran volumen, generalmente la calidad es uniforme. Su turbidez es pequeña pero su conte

THE UNIVERSITY OF MICHIGAN

LIBRARY

1968

1969

1970

1971

1972

nido de hierro y manganeso puede ser sustancial.

### .03.00 MUNICIPAL

Las pequeñas plantas industriales y aquellas que usan agua en cantidades limitadas generalmente les resulta más económico comprar el agua de la municipalidad local.

### .04.00 INSTRUMENTACION NECESARIA<sup>4</sup>

Con objeto de determinar el gasto de agua utilizado en las plantas industriales o en sus departamentos se usan medidores de flujo. La información obtenida permite calcular las cuotas cargadas a cada área de producción y ayuda a la gerencia a eliminar desperdicios de agua. Generalmente estos instrumentos son medidores tipo disco con cabezas registradoras, como los fabricados por American Meter, Badger, Rockwell, Brooks, etc. Sin embargo, los medidores de flujo con registro también son utilizados.

## 2.00.00 TRATAMIENTO DEL AGUA

### .01.00 FILTRACION PRELIMINAR

Es necesario proteger la succión de las bombas, la tubería y el equipo mecánico contra residuos flotantes. Invariablemente se usan filtros de barras o rodillos espaciados entre si una pulgada, para proteger la succión de la bomba.

Este tipo de filtro no opera continuamente sino solamente cuando la diferencial de presión excede de mínimo deseado, indicando cuando la porción del filtro en el agua está tapada.

.01 INSTRUMENTACION NECESARIA

Se utiliza un transmisor de presión diferencial para detectar la caída de presión a través del filtro. La señal del transmisor cierra un interruptor el cual a su vez energiza un timer. El timer opera el motor del filtro moviéndolo.

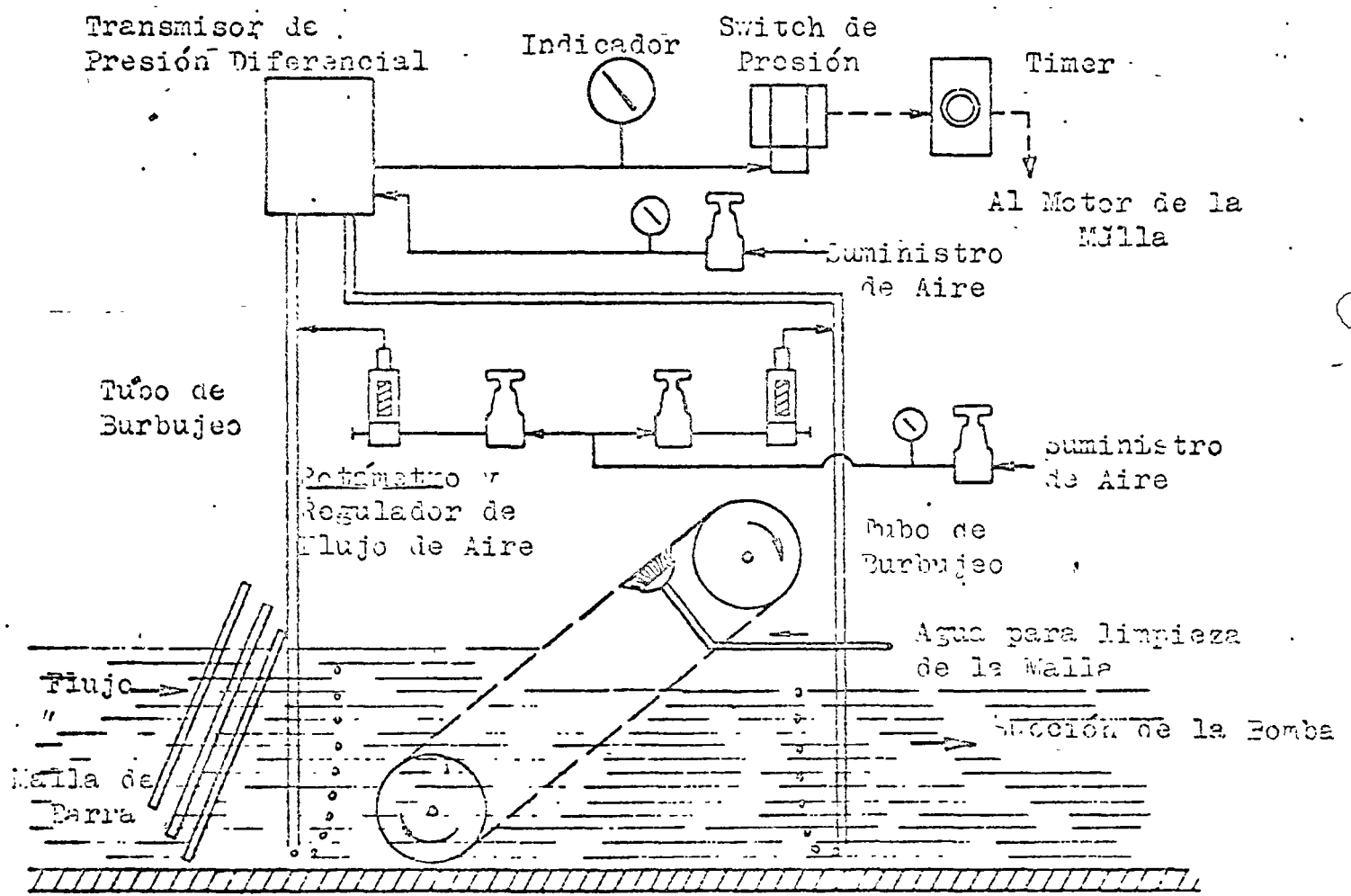


Figura 1

## .02.00 CLARIFICACION Y ABLANDAMIENTO

### .01 CLARIFICACION Y PURIFICACION

- Para la mayoría de las aplicaciones industriales, el agua debe al menos, ser incolora y clara. Cuando ésta proviene de pozos, lagos o de tanques de almacenamiento sólo es necesaria y adecuada una simple filtración. Las aguas turbias, como las de los ríos requieren de clarificación adicional via coagulación.

### .02 COAGULACION

Este es un proceso químico-mecánico diseñado para atrapar la materia finalmente dividida, la materia coloidal y la materia suspendida en partículas más grandes que por razón de su peso se asientan en el fondo. En un clarificador se mezcla alumbre con el agua a tratar. La reacción química produce un precipitado hidratado, llamado Floc. El Floc es una materia voluminosa, gelatinosa y de gran superficie. Después de la formación del Floc, se agita el agua para precipitarlo al fondo del clarificador, atrapando al mismo tiempo la materia suspendida por atracción iónica, entrampándola y adsorbiéndola. A medida que recoge la materia orgánica suspendida y las bacterias, el Floc aumenta de peso y posteriormente se asienta en el fondo.

Todos los clarificadores incorporan una zona de mezclado rápido donde el agua y las sustancias coagulantes se mezclan y forman el Floc; una zona de mezclado lento donde el Floc se hunde y una zona de tranquilidad donde el Floc y el agua se separan.

La Fig. 2 ilustra el diseño convencional de un clarificador. En estos clarificadores el tiempo de retención es de 8 horas aproximadamente.

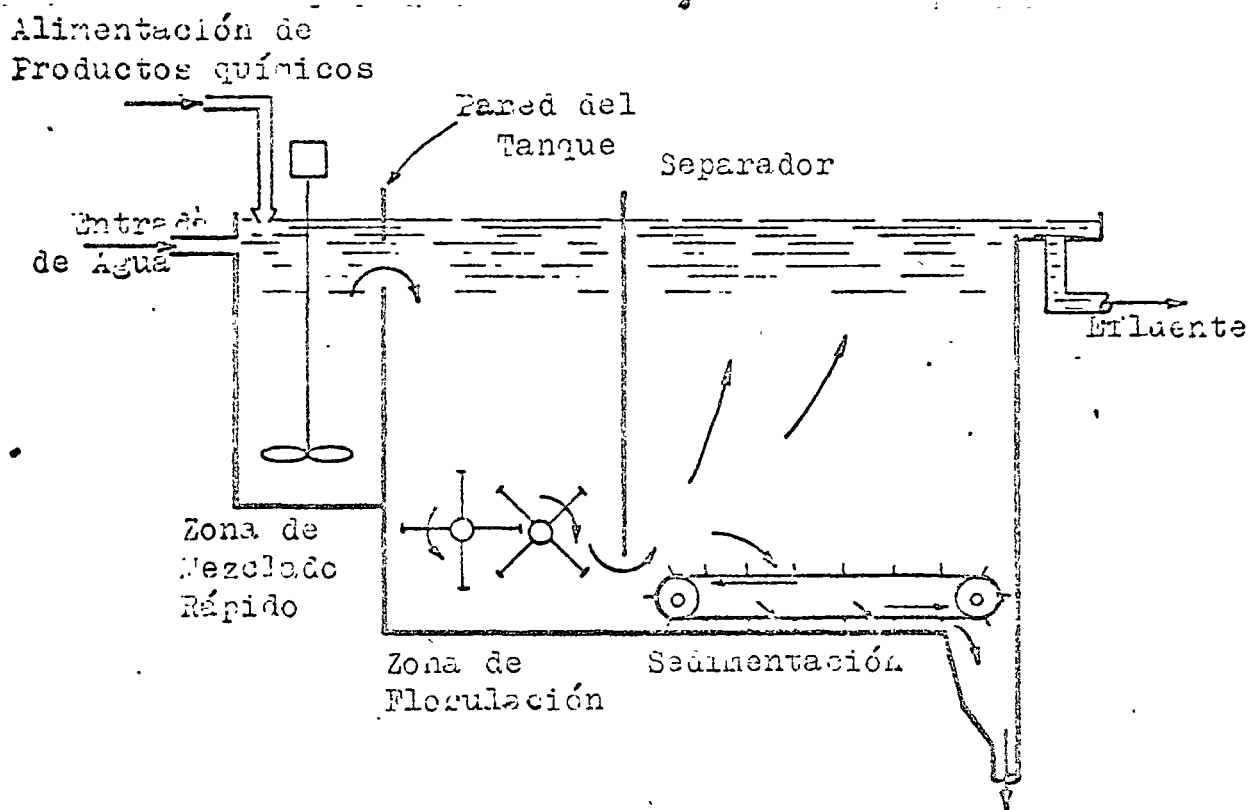


Figura 2



En los clarificadores de flujo ascendente el tiempo de retención es de 45 minutos aproximadamente y requieren menos espacio.

### .03 QUIMICA DE LA COAGULACION

Los coagulantes más usados son:

Alumbre:  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$

Sulfato Férrico:  $Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$

Sulfato Ferroso:  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

Teóricamente los coagulantes actúan en una o de varias formas:

- 1) Se forma un ion positivo trivalente ( $Al^{+++}$  o  $Fe^{+++}$ ) el cual atrae los coloides cargados negativamente.
- 2) Se forma un ion positivo bivalente ( $SO_4^{--}$ ) el cual atrae los iones cargados positivamente y
- 3) se forma un precipitado hidratado  $Al(OH)_3$  o  $Fe(OH)_3$  el que remueve la materia suspendida, atrapándola y adsorbiéndola.

### .04 INSTRUMENTACION NECESARIA

La coagulación es más arte que ciencia. Generalmente hablando, el alumbre trabaja mejor en un rango de pH de 5.7 a 7.5, el sulfato férrico en el rango de 6.0 a 9.5 y el sulfato ferroso a un pH de 6.5 o mayor. Estos valores de pH representan la menor solubilidad del Floc hidratado. Un típico diagrama de control es el que muestra en la Fig. 3.

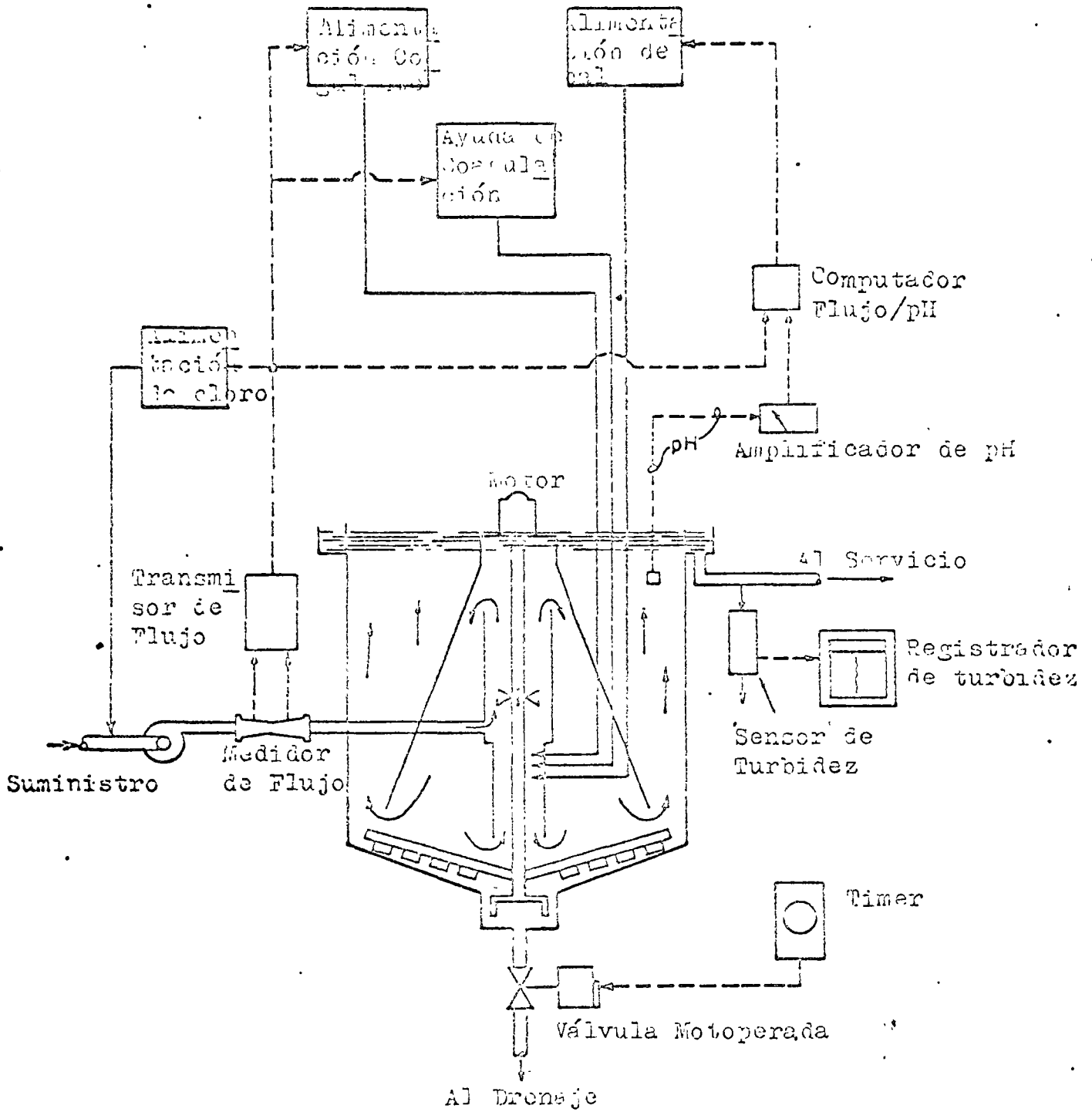


Figura 3

## 03.00 ABLANDAMIENTO

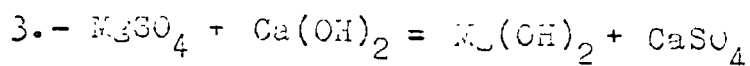
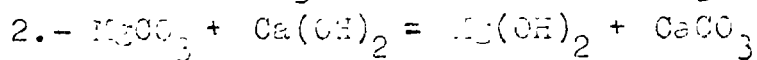
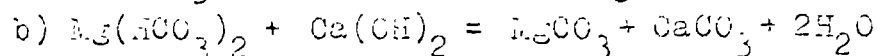
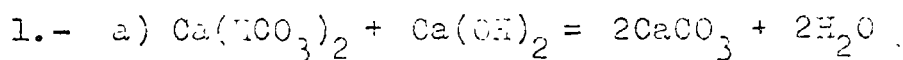
### .01 PROCESO EN FRIO

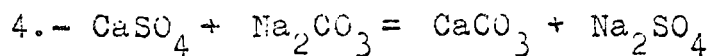
El uso de agua dura crea demasiados problemas en los equipos modernos de proceso industriales y en la calidad del producto. Cuando una planta requiere de grandes volúmenes de agua, resulta más económico el ablandamiento del agua mediante el proceso en frío. Este método además de remover las materias incrustantes (calcio, manganeso, sulfatos y silicatos) elimina también el hierro y el manganeso. Sin embargo, cabe indicar que el ablandamiento en frío no reduce a cero la dureza del agua. Afortunadamente la mayoría de las aplicaciones no requiere agua con cero dureza. En aquellas aplicaciones que demandan mayor reducción de la dureza, el proceso en frío reduce el costo de tratamientos subsecuentes. El proceso en frío simultáneamente ablanda y clarifica el agua.

### .02 QUIMICA DEL ABLANDAMIENTO EN FRIO

El equipo usado para el ablandamiento en frío es el mismo que se usa en la clarificación del agua. Los productos químicos más usados son cal hidratada ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), cal viva ( $\text{CaO}$ ), soda ash ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) y aluminato de sodio ( $\text{NaAlO}_2$ )

Las principales reacciones químicas que ocurren en el ablandamiento en frío son:





### .03. INSTRUMENTACION NECESARIA

Cuando el análisis del agua dura es relativamente constante, el coagulante y la cal se agregan en forma proporcional al flujo. Cuando la dureza varía periódicamente, la adición de cal se controla en la base del flujo y de la medición del pH (ver figura 4)

Cuando hay variación continua de la dureza, la relación de carbonatos a no-carbonatos generalmente se mantiene constante. Por lo que el requerimiento de soda ash ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) puede estar en relación al requerimiento de cal. (Ver alternativa del sistema de control en Fig.4).

El tipo de control descrito anteriormente es adecuado en la mayoría de las aplicaciones industriales. Sin embargo, especialmente en plantas grandes, el requerimiento de tratamiento adicional del agua, hace necesario un control más estricto en el proceso de ablandamiento primario. La titulación automática al pH 8.3 (P) y al pH 4.3 se hace posible mediante la instrumentación descrita en la Fig. 5

El primer punto final (valor P) representa la mitad de los carbonatos y toda la alcalinidad hidratada (Del  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  y  $\text{NaOH}$ ). La alcalinidad total está representada por el valor de M. El valor  $2P-M$ , pues, representa los carbonatos totales para el control de la cal.

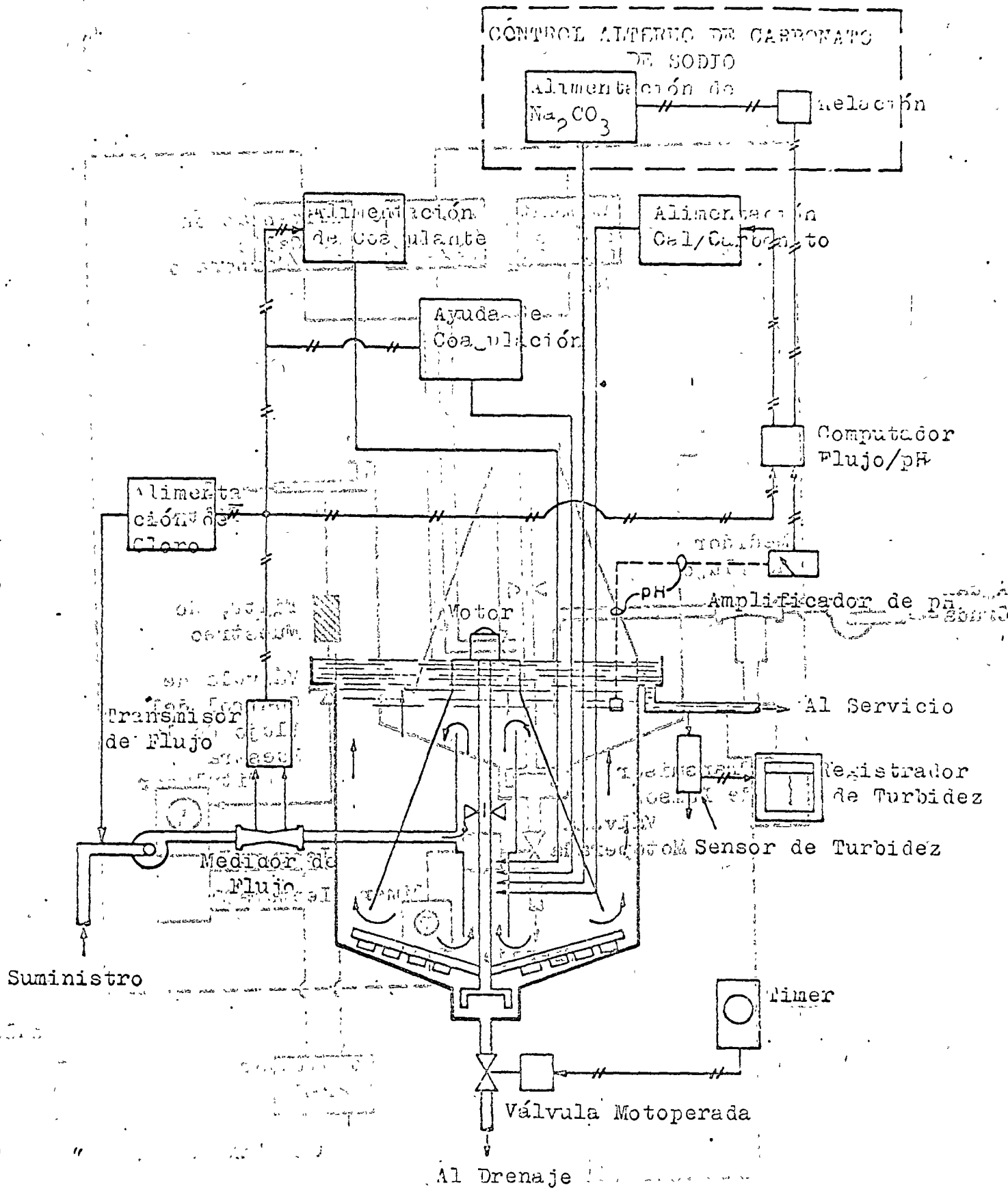


Figura 4

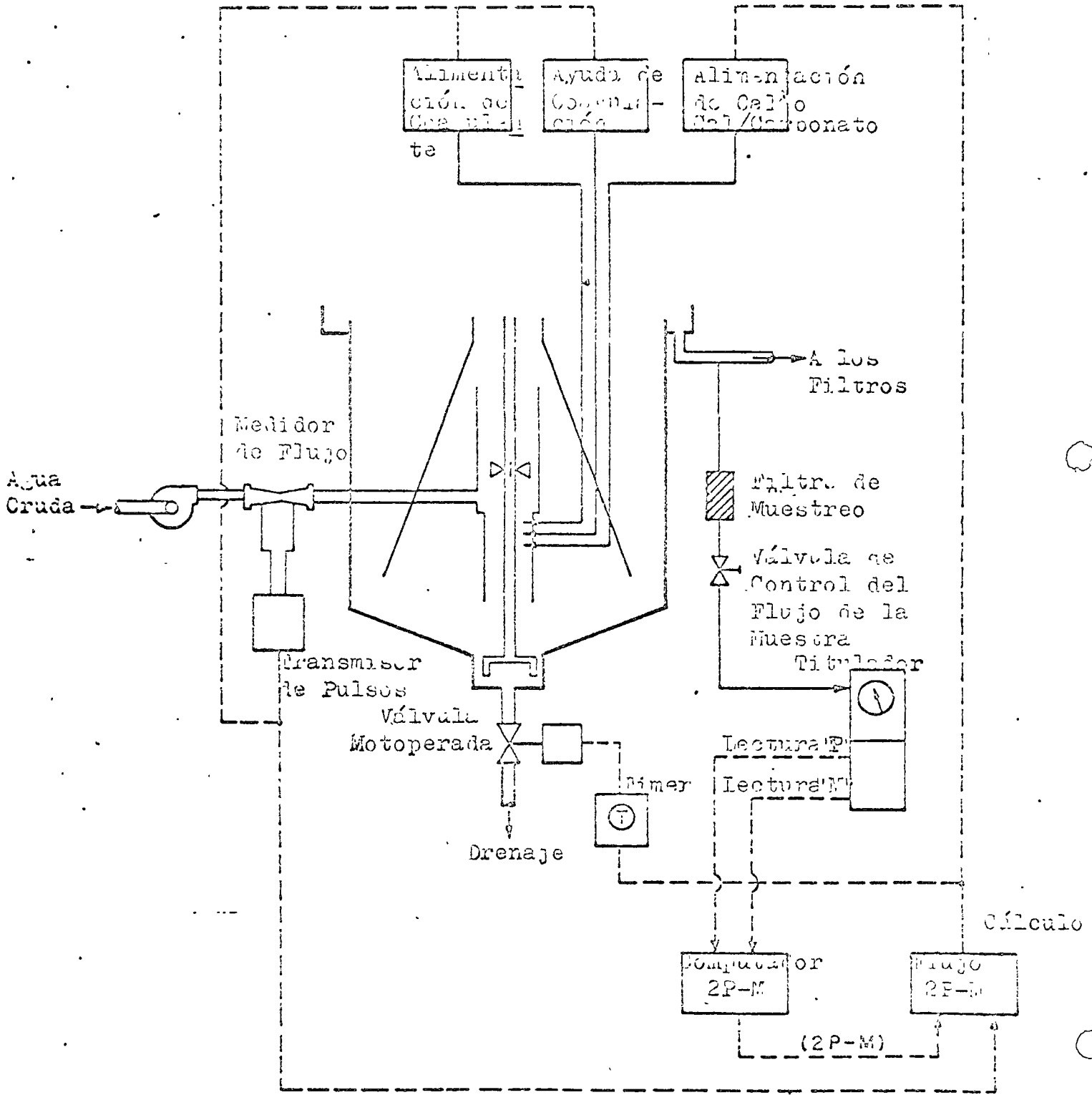


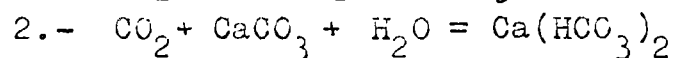
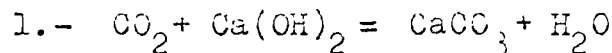
Figura 5

#### .04 ESTABILIZACION DEL AGUA ABLANDADA CON CAL

El agua ablandada con cal está sobresaturada con hidróxidos de calcio y magnesio. Estos hidróxidos si no son eliminados causan incrustación en las tuberías y en el filtro de arena se "aglomeran". El agua necesita estabilizarse para eliminar la condición de sobresaturación.

##### a) Estabilización con $\text{CO}_2$

La estabilización de grandes volúmenes de agua es más económica haciendo burbujear dióxido de carbono a través del agua clarificada. Para simplicidad las reacciones químicas se describen en un proceso de 2 etapas:



El sistema de control usado en la estabilización con  $\text{CO}_2$  se basa en la medición del pH, ver Fig. 6. O en la medición de flujo, ver Fig. 7

##### b) Estabilización con ácido

Es bastante común utilizar ácido sulfúrico al agua ablandada. Los carbonatos son convertidos a sulfatos y se libera dióxido de carbono. El gas se elimina en la torre o columna de decarbonatación. La adición del ácido se controla a través de la medición del flujo y del pH (Fig. 8).

#### .04.00 FILTRACION

Las partículas inorgánicas floculadas y algas, remanentes en suspensión en el agua después de la sedimentación o clarificación son más

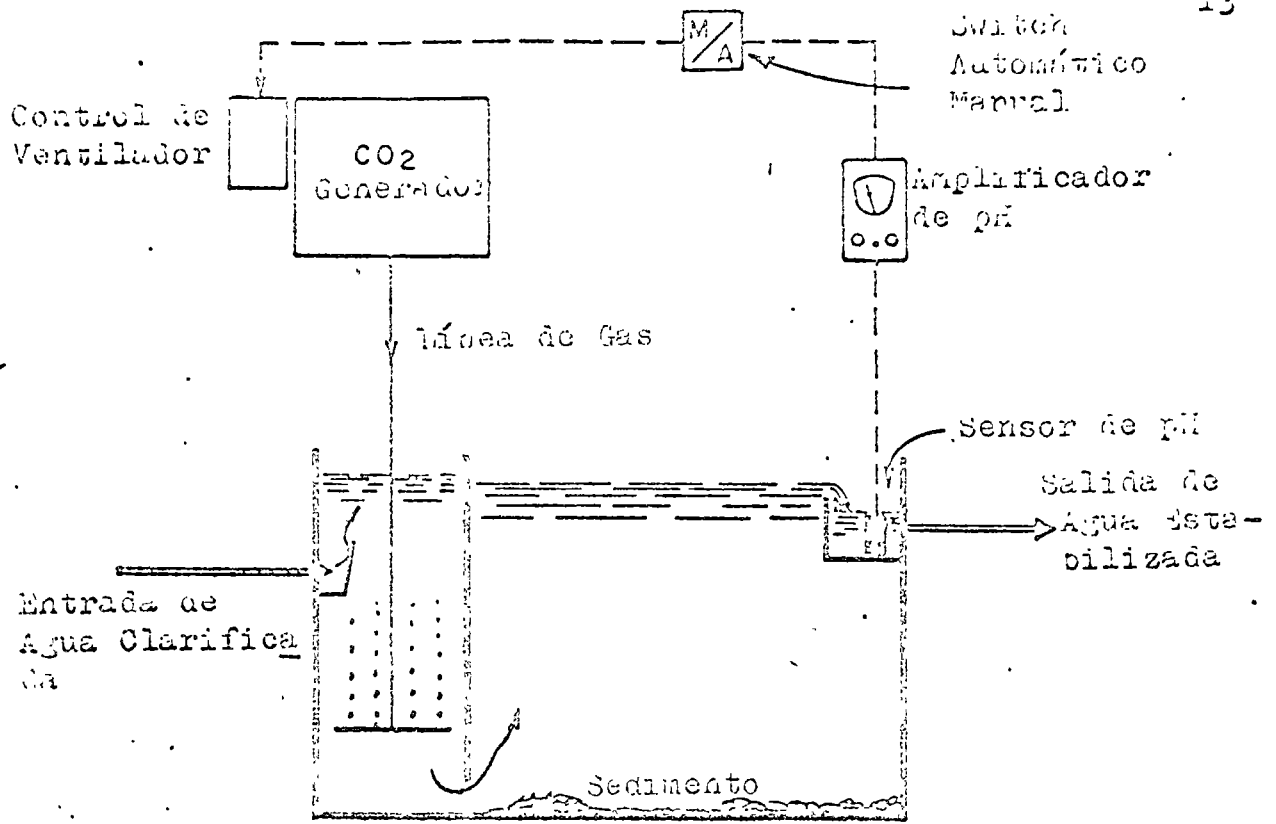


Figura 6

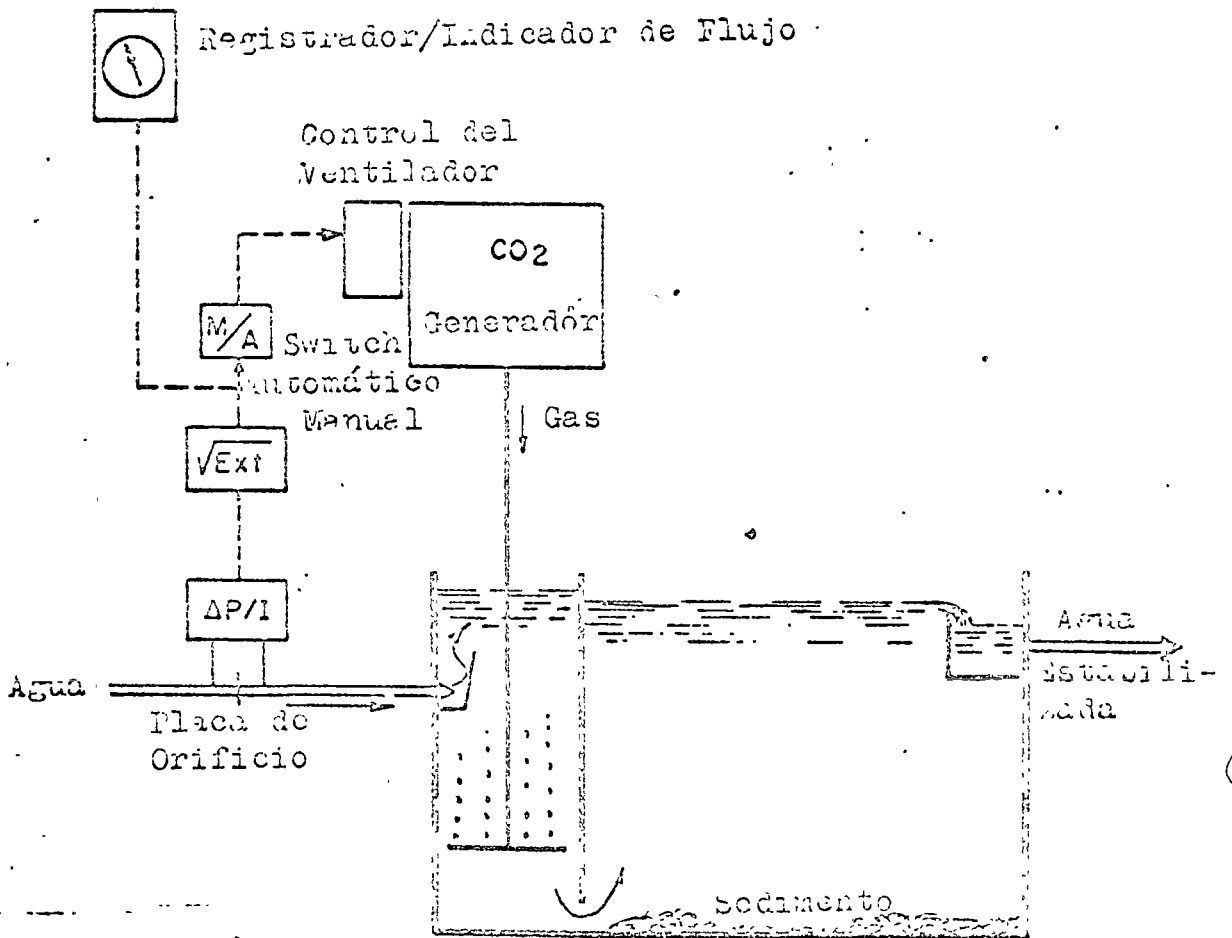


Figura 7



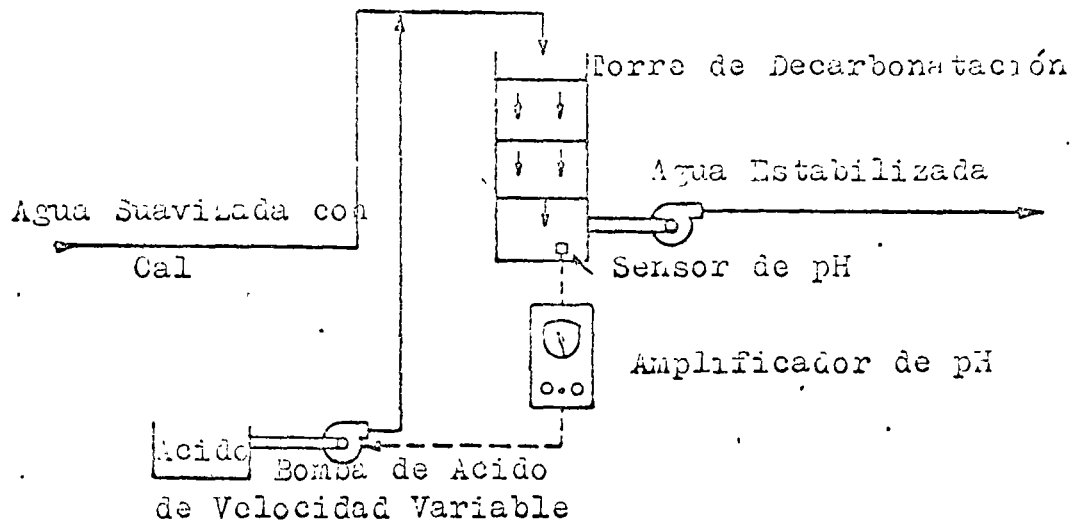


Figura 8

fácilmente eliminadas por filtración. Este proceso es esencialmente una acción restrictiva en la cual la materia suspendida queda sobre la cama del filtro de grava, arena o cualquier otro material y el agua clara pasa a través del filtro hacia el tanque de almacenamiento. Después de un período de filtración, los espacios vacíos dentro del medio filtrante se tapan con la materia en suspensión y el filtro requiere de limpieza. Esta es

efectua invirtiendo el flujo del agua a través del filtro.

En general, se usan tres tipos de filtros en las plantas de tratamiento de agua, las que se clasifican de acuerdo al medio filtrante y a su diseño:

- 1.- Filtros de arena de flujo rápido de gravedad
- 2.- Filtros de presión
- 3.- Filtros de diatomita

.01 FILTROS DE ARENA DE GRAVEDAD

Durante el ciclo de filtrado, la mayor parte de la suciedad se queda atrapado dentro de las 2 primeras pulgadas de la cama de filtrado. Se usa un lavado de superficie junto con un retrolavado para romper la costra sobre la cama de filtración y para prevenir la canalización del agua de lavado. El filtro rápido de arena (Fig. 9) usa una cama de arena y grava, soportada sobre un sistema de drenaje con arreglos para retrolavado invirtiendo el flujo. El agua fluye por gravedad a través del medio filtrante y el agua filtrada se recoge por medio de sistema de drenaje. Durante el retrolavado, una parte del agua filtrada es forzada hacia arriba a través del sistema de drenado, del medio filtrante y en una vigorosa acción desprende la suciedad de las partículas del medio filtrante y la obliga a salir por el drenaje.

.02 INSTRUMENTACION NECESARIA

La instrumentación necesaria para operación del

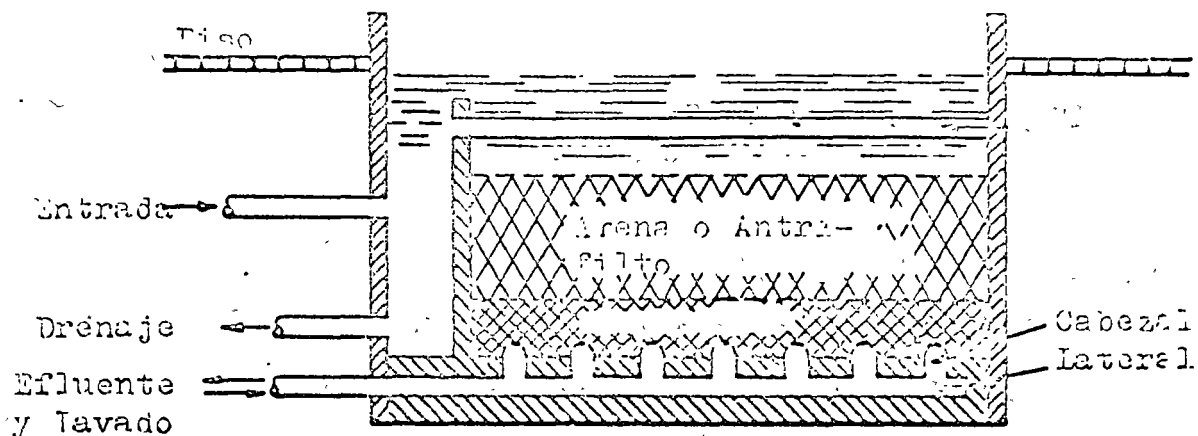


Figura 9

filtro de arena puede dividirse en los siguientes sistemas:

- 1.- Control de flujo
- 2.- Medición de pérdida de presión
- 3.- Instrumentación de lavado
- 4.- Control de nivel

Los sistemas anteriores están detallados en las siguientes figuras:

- Fig. 10 59-00-04 Control de flujo en filtros de agua
- Fig. 11 59-00-05 Pérdida de presión a través de filtros de arena

Fig. 12 59-00-06 Control de lavado para filtros de arena

### .03 FILTROS DE PRESION

Debido a las restricciones de espacio y a los altos flujos se usan filtros de presión en plantas industriales para la filtración de aguas de poca turbidez, después de aereación y después de clarificarlas o de tratarlas con cal. El diseño más común es el de tipo vertical (Fig. 13)

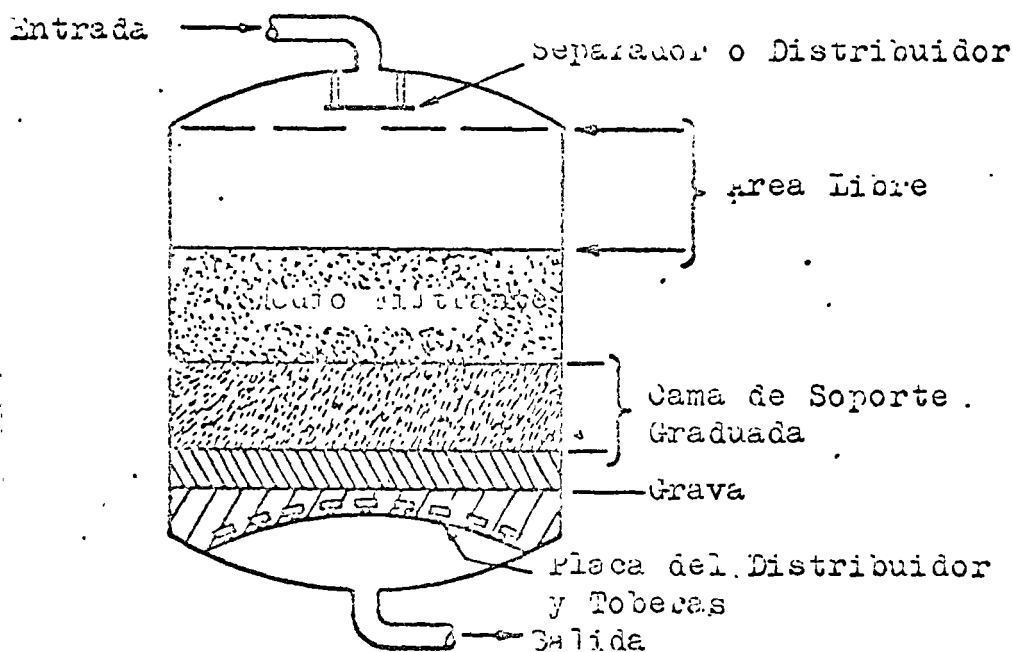


Figura 13

Para limpiar el filtro, el flujo de agua se invierte. La presión del agua eleva completamente el medio filtrante y el agua fluye hacia el drenaje. Una vez completado el lavado, el medio filtrado, con la ayuda del agua, se asienta. El filtro se lava con agua desde arriba. Una vez que el agua de lavado sale limpia, el filtro regresa a servicio.

Es importante para una filtración apropiada que el filtro se encuentre nivelado, con lo que se evita la canalización del agua.

#### .04 INSTRUMENTACION NECESARIA

Aunque normalmente es controlado manualmente en la base de gasto, o tiempo, la operación del filtro por medio del control de presión se puede operar económicamente en forma automática como se muestra en la Fig. 14

#### .05 FILTROS DE DIATOMITA

Los filtros de diatomita o tierras diatomáceas, los cuales fueron desarrollados para purificación del agua en el campo, son usados ampliamente en albercas. Estos filtros son también usados en pequeñas plantas municipales e industriales. El filtro consiste de un número de elementos (generalmente tubos), los cuales son recubiertos con una capa de tierras diatomáceas, aplicadas como pasta bajo presión o vacío. El agua pasa a través del recubrimiento. Cuando el medio filtrante ha recogido suficiente materia suspendida de tal forma que baja su velocidad de filtrado, el

recubrimiento se limpia con un corto retrolavado y se repite el ciclo.

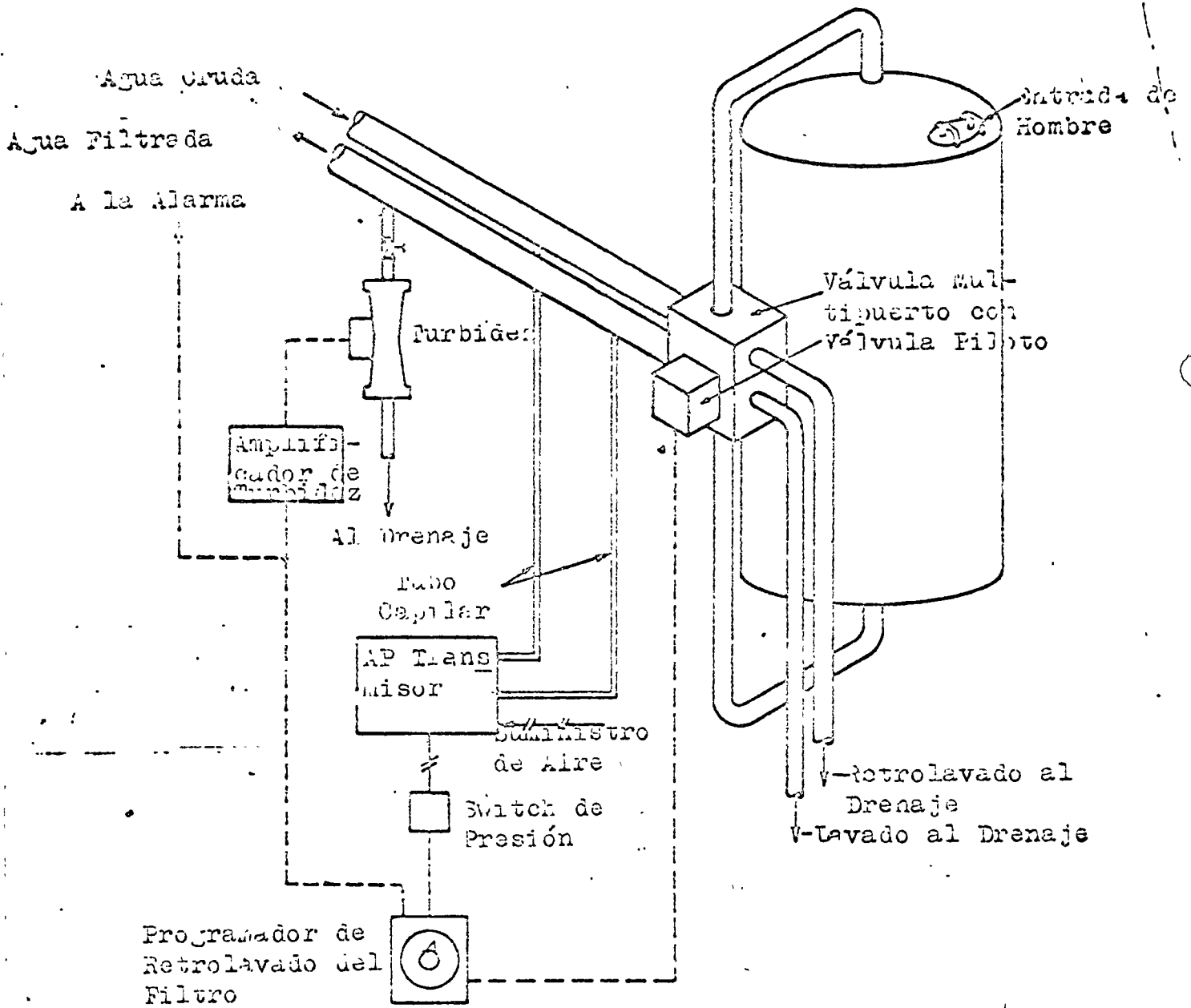


Figura 14

## .05.00 CLORACION

El cloro es un agente oxidante muy fuerte. Es aceptado universalmente como un desinfectante para el agua ya que mata las bacterias (patógenas).

Las propiedades desinfectantes del cloro también suprimen el crecimiento de algas y otros microorganismos. Otros usos del cloro son para el control del olor, del sabor, eliminación del color y en la ayuda en la precipitación del hierro y el manganeso del agua.

Ya que el efecto de cloración no es instantáneo, la demanda de cloro se expresa en términos de tiempo, esto es: demanda de 5 min. de cloro.

## .01 METODOS DE CLORACION

La luz del sol, el calor y la aereación eliminan el cloro. Por estas razones, la etapa de cloración se puede aplicar en más de un lugar en la planta de tratamiento:

### a) Precloración

En esta aplicación el cloro se agrega durante la clarificación o el ablandamiento para ayudar en la eliminación del hierro y el manganeso del agua o para prevenir que el asentamiento del lodo en el proceso de coagulación se degrade debido a la acción bacteriológica.

### b) Postcloración

La aplicación de cloro adicional al agua clarificada, filtrada se hace basada en el análisis de cloro. Esta adición se lleva a cabo cuando toda o parte del agua se usará para beber.

Existen tres causas importantes para el uso del cloro:

c) Cloración de balance

Este método se usa cuando el agua contiene cantidades apreciables de compuestos de nitrógeno. El cloro reacciona con estos compuestos para formar ácido hipocloroso y amoníaco. La reacción continua con adición de cloro y se combina con el amoníaco para formar cloraminas. El punto de balance se alcanza cuando las pruebas no indican la existencia de amoníaco o cloro libre en el agua.

El control del pH es muy importante ya que la máxima velocidad de reacción ocurre entre un pH de 7.0 y 8.0

d) Supercloración

Este término se usa para describir una fuerte cloración, aplicada en exceso a la dosis normal, pero no suficiente para alcanzar el punto de balance. La supercloración se lleva a cabo cuando el tiempo de retención después de la cloración es inadecuado para una desinfección satisfactoria a niveles bajos de cloro.

e) Cloración instantánea

Esta práctica de clorar intermitente el flujo del agua. Es usado en forma efectiva para suprimir algas y lama y reduce el uso total de cloro.

## .02 DECLORACION

En algunas aplicaciones industriales es indeseable la presencia de cloro libre en el agua. Por



ejemplo, las resinas de intercambio iónico se ven afectadas por el cloro. Después de que el agua es superclorada, deberá tratarse para decolorarla.

La aereación es el método más eficiente para la decoloración del agua. El cloro libre se remueve del agua por absorción a través de camas de carbón activado. Este método consiste de filtros de presión normales que tengan como medio filtrante carbón activado.

Químicamente, el exceso de cloro puede eliminarse por la adición de agentes reductores, como el bióxido de azufre ( $\text{SO}_2$ ) y el sulfito de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )

### .03 INSTRUMENTACION NECESARIA

Existen varios procedimientos de cloración que involucran la liberación de cloro bajo presión de un tanque o cilindro y su introducción directa del gas cloro en el agua a tratar. Es importante la indicación del flujo, su regulación y un sistema de seguridad en cualquier sistema de alimentación de gas cloro.

Se ilustran dos sistemas de control de alimentación de cloro. Ver Figs. 15 y 16.

## 3.00.00 TRATAMIENTO DEL AGUA PARA PROCESOS INDUSTRIALES

### 01.00 DUREZA DEL AGUA

#### .01 EFECTOS

Todas las aguas naturales contienen sales de calcio y magnesio en solución. Y estando en solución no son eliminadas por clarificación y sólo se eliminan

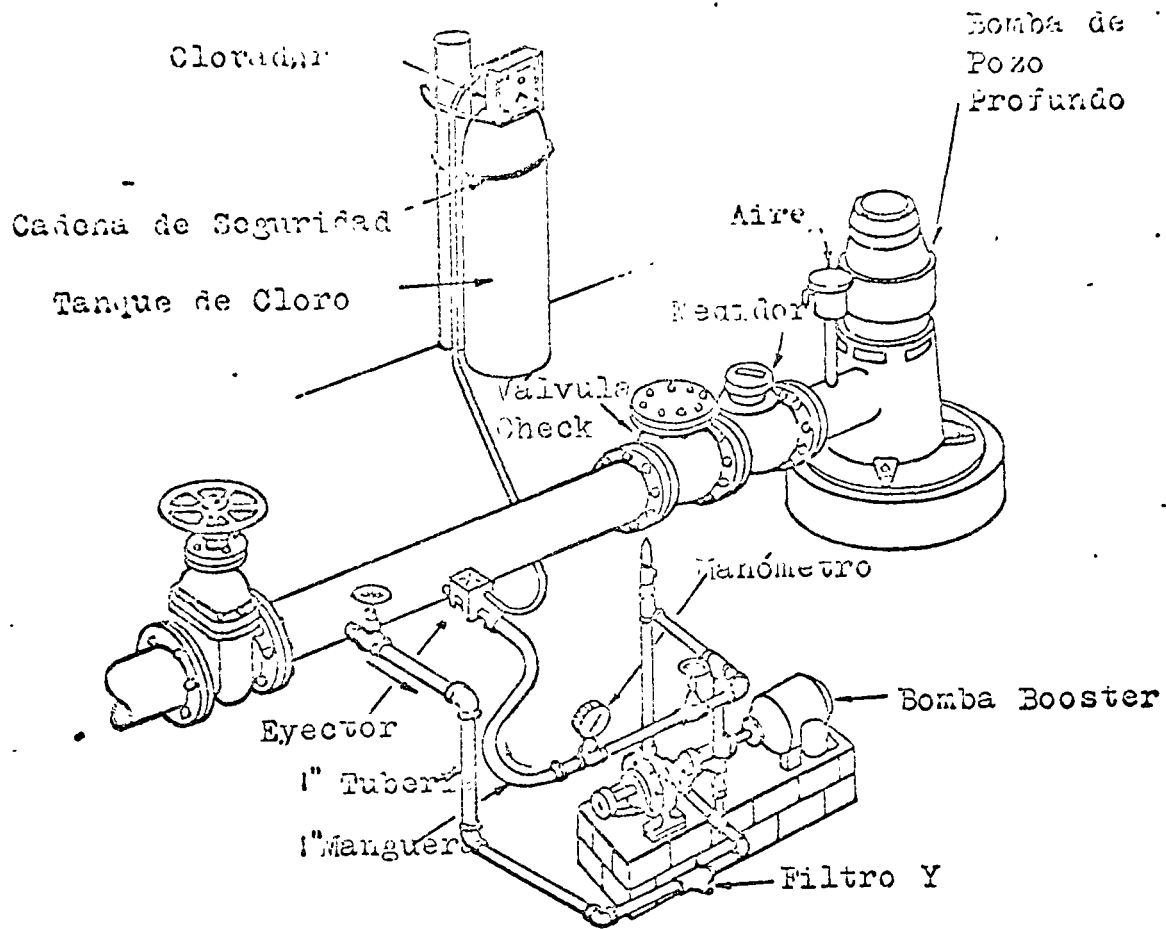


Figura 15

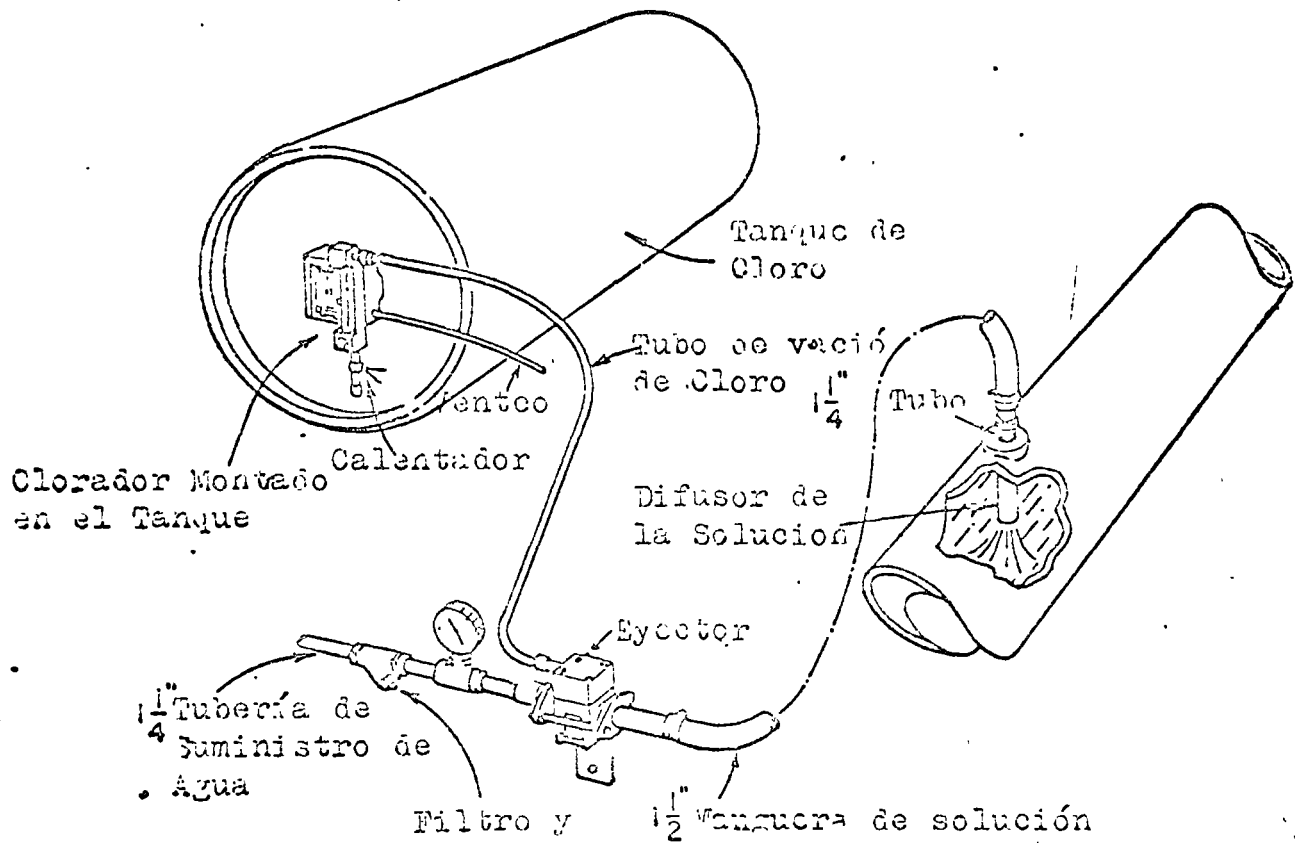


Figura 16

pequeñas cantidades en el proceso de ablandamiento en frío. Estas sales se denominan "dureza".

La dureza del agua es perjudicial para muchos procesos industriales. De ella resulta un enjuague y lavado defectuosos de botellas, manchado de metales, películas, pieles, etc.; reduce la eficiencia de las calderas, sistemas de enfriamiento y tuberías.

La tabla 1 lista algunos de los procesos. Las demandas de modernos procesos de alta eficiencia en el equipo requerirá de agua de mejor calidad que la indicada en la tabla 1.

TABLA 1  
VALORES DE DUREZA DEL AGUA

INDUSTRIA A PROCESO	LIMITES RECOMENDADOS EN ppm
Alimentación a calderas	
de 0-150 psi	80
de 150-250 psi	40
de 250-400 psi	10
arriba de 400 psi	2
Cervecerías	200-300
Bebidas Carbonatadas	200-250
Enfriamiento	50
COMIDA ENLATADA Y CONGELADA	
General	50-85
Legumbres	25-75
Frutas y vegetales	100-200
Chícharos	200-400
Lavado equipo comida	10
Procesado de comida	10-250
Lavandería	0-50

## PULPA Y PAPEL

Pulpa de madera	200
Pulpa de sodio	100
Blanqueo pulpa kraft	100
Pulpa kraft	200
Pulpa papel fino	100

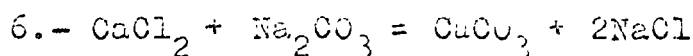
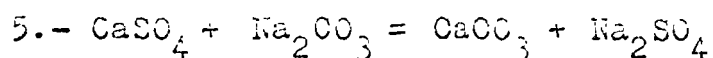
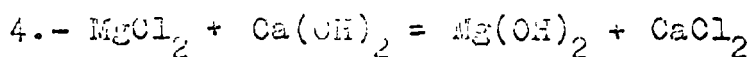
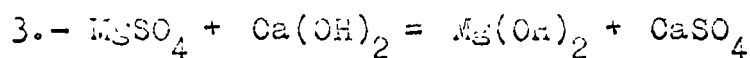
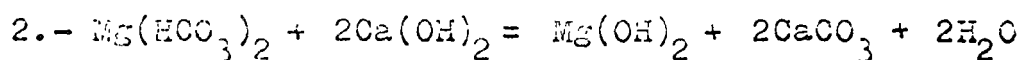
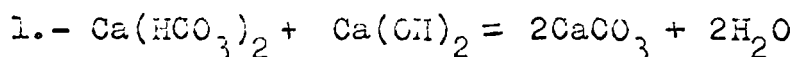
## RAYON

Producción de pulpa	2
Manufactura de ropa	55
Manufactura de acero	50
Hule sintético	50

Dependiendo del uso final del agua frecuentemente es necesario reducir aún más la dureza. La Fig. 17 compara gráficamente el grado de dureza eliminada por los varios métodos de tratamiento de agua considerando el análisis de un "agua natural".

## .02.00 ABLANDAMIENTO EN CALIENTE

## .01 REACCIONES QUIMICAS



La dureza residual en este método va de 10-30 ppm de  $\text{CaCO}_3$  dependiendo de la temperatura y la alcalinidad en el ablandador.

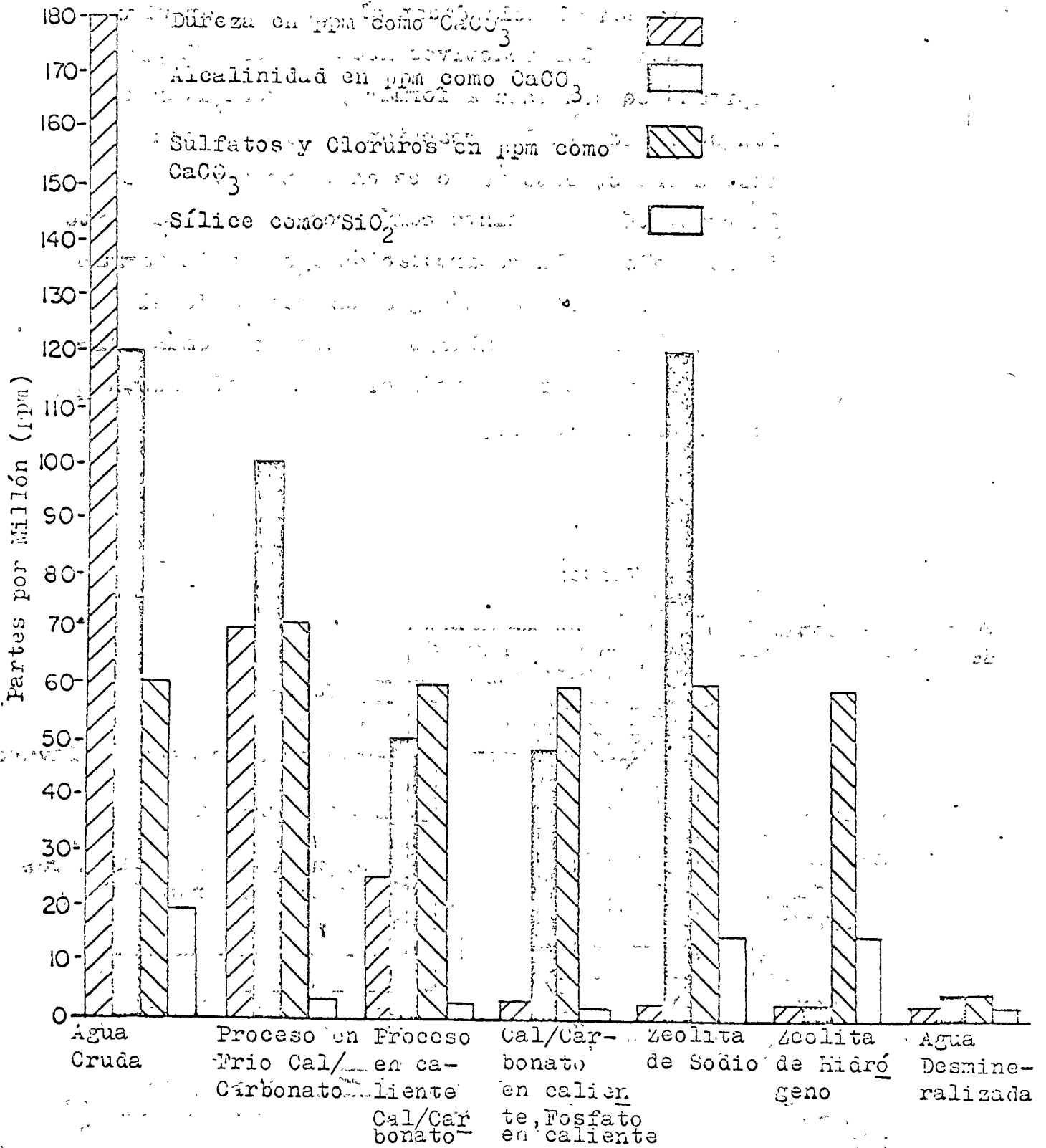


Figura 17

## .02 OPERACION Y CONTROL.

Se introducen al ablandador, el agua, vapor vivo o exhausto y los reactivos necesarios. El precipitado se comienza a formar y a precipitarse. Aunque en teoría las reacciones químicas son instantáneas, esto no lo es en la práctica. En la práctica es bastante común recircular una parte de los lodos. La recirculación ayuda a la formación de precipitados más grandes mejorando el asentamiento. Sin embargo es bastante común utilizar filtros para retener el precipitado finamente dividido. Ver Fig. 18.

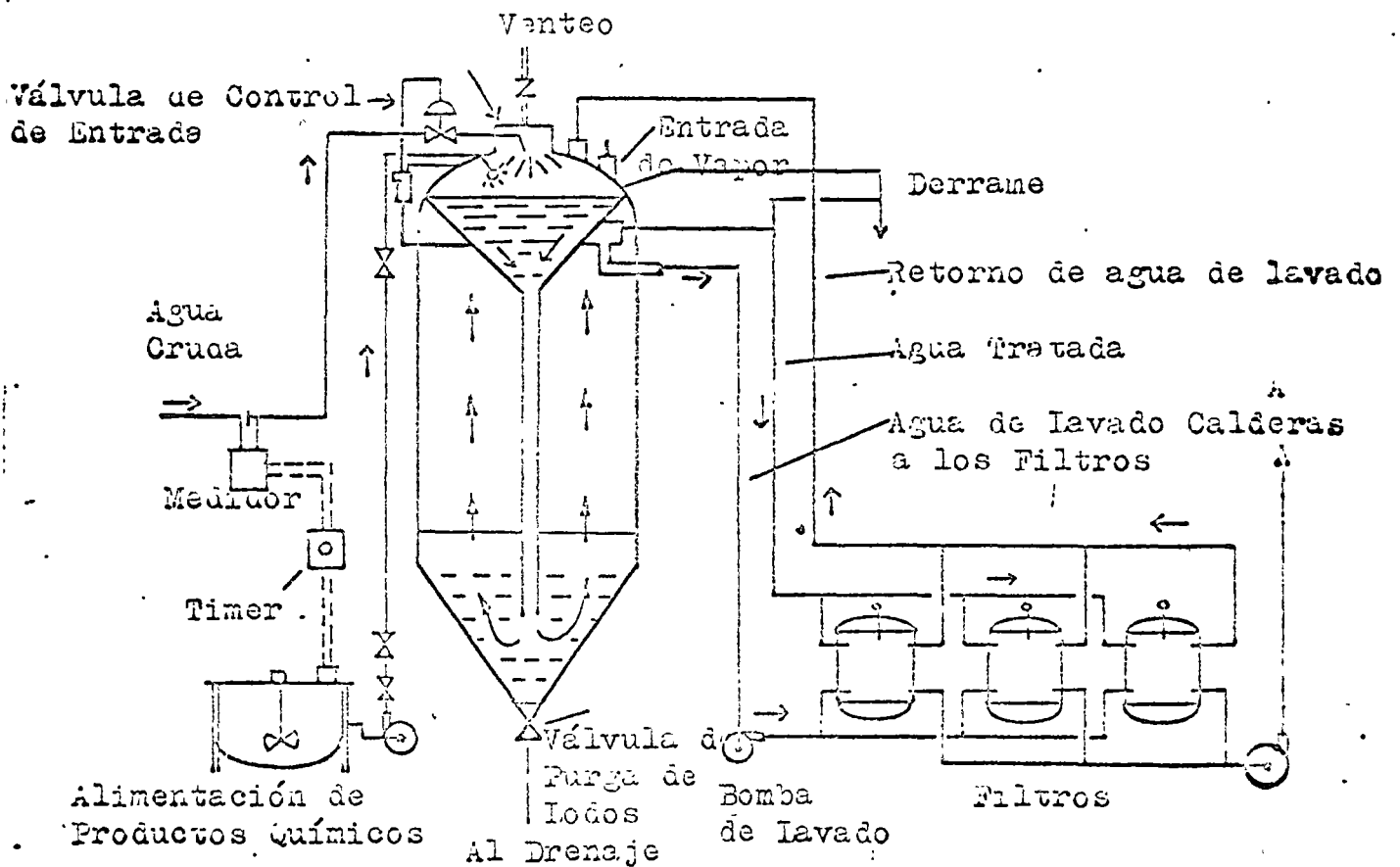


Figura 18

Sin embargo es común filtrar el efluente antes de su uso, ya que es casi inevitable el arrastre de precipitado finamente dividido.

Cuando el agua cruda contenga suficientes sales de magnesio, el hidróxido de magnesio formado (véase reacciones químicas) actúa como coagulante ya que es de naturaleza gelatinosa y de gran área para atrapar pequeñas partículas. Cuando el contenido de magnesio no es suficiente, se le agrega un coagulante como el aluminato de sodio o de alguna de las sales de fierro.

### .03 CONTROL SEMI-AUTOMATICO

Para controlar la adición de los ablandadores químicos se lleva a cabo mediante una titulación de alcalinidad de doble etapa. En la mayoría de las plantas el carbonato de sodio se agrega en proporción al requerimiento de cal. La cal requerida se basa en el cálculo de  $2P-M$ , o sea, dos veces la alcalinidad o la fenoftaleína menos la alcalinidad al naranja de metilo. Cuando la alimentación de carbonato de sodio es por separado de la cal se hace en base al valor de  $M$ . Obviamente, el volumen de los productos químicos es una función del flujo de agua cruda al ablandador.

El sistema de control semiautomático es estándar y consiste de un medidor de flujo en la línea de agua cruda que transmite impulsos que arrancan un timer el cual a su vez actúa el sistema de alimentación química. Pasándose en el cálculo de  $2P-M$ , el operador ajusta la duración de la alimentación de productos químicos por unidad de flujo.

Normalmente se hace una prueba y se ajusta el timer una vez cada 3 hrs. Cuando hay variaciones de carga y/o la calidad del agua varia, se deben incrementar las pruebas y los ajustes. Es por ello que es más conveniente el sistema de control completamente automático pues el tiempo de retención en un ablandador con proceso en caliente es sólo del orden de 45 a 60 min.

#### .04 CONTROL AUTOMATICO

El método de control empleado en el sistema automático es idéntico al del sistema semi-automático. Los valores P y M en la titulación manual realizada por el operador son una función en el analizador automático.

El analizador automático recibe una muestra del efluente del suavizador en caliente del punto más cercano al punto de descarga del ablandador como sea posible. La muestra se enfría en un serpentín de enfriamiento, se filtra para eliminar la materia en suspensión, se reduce la presión y la muestra se regula a través de una válvula manual.

El analizador primero titula al pH equivalente de la fenoftaleina y almacena este valor. Después continua hasta el pH equivalente del naranja de metilo y realiza el cálculo  $2P-M$  el cual representa la demanda de cal. Como en el control semi-automático, se mide el flujo y se envían pulsos que activan el timer y el valor calculado de  $2P-M$  ajusta automáticamente el tiempo de alimentación de los productos químicos.

La mayoría de los suavizadores del proceso en



caliente tienen una o más secciones deacreadoras dentro del ablandador. Esto permite el escape a la atmósfera del oxígeno liberado por el calor aplicado y el bióxido de carbono producido en las reacciones. Es una práctica común agregar un eliminador de oxígeno, como el sulfito de sodio, al efluente del suavizador. La alimentación de sulfito puede automatizarse en base al flujo de agua.

#### .05 ELIMINACION DE SILICE POR EL PROCESO DE CAL/CARBONATO EN CALIENTE

Las aguas con alto contenido de sílice causan severos danos en calderas y en cambiadores de calor. Es pues necesario limitar el contenido de sílice especialmente donde usa vapor para mover turbinas. La eliminación de sílice en el proceso de ablandamiento en caliente se efectúa gregando algún compuesto de magnesio. Frecuentemente cal dolomítica es la que se usa para estas aplicaciones. Las pruebas de control descritas anteriormente (2P-M) se realizan sin modificación. Ocasionalmente, la sílice en el agua cruda es tan alta que el contenido de magnesio en la cal dolomítica es insuficiente. Entonces se le agrega sal de epsom (sulfato de magnesio) u óxido de magnesio. Se prefiere el óxido al sulfato por no agregar con el primero sólidos disueltos al contenido del agua.

La eficiencia en la eliminación de sílice es una función de la temperatura, el pH y la recirculación de los lóos. Se ha encontrado que en 15 minutos a 95°C se logra la eliminación del

95% de sílice. Los suavizadores se diseñan para un tiempo de retención de 45 minutos, de tal manera que el control de temperatura es también importante.

La eliminación de sílice se efectúa mejor a un pH mayor de 10. Lo cual es bastante normal en el ablandamiento cal/carbonato. Si se mantienen adecuadamente los valores de P y M, el pH se mantendrá arriba de 10. Se puede automatizar la eliminación de sílice utilizando un analizador automático de sílice para regular la alimentación del compuesto de magnesio.

### .03.00 ELIMINACION DE LA DUREZA POR INTERCAMBIO IONICO

Las aguas naturales contienen impurezas en solución en variadas proporciones. Muchas de las impurezas son compuestos químicos disueltos que consisten en partículas cargadas positivamente (cationes) y otras cargadas negativamente (aniones). Los típicos cationes y aniones encontrados en estas aguas son:

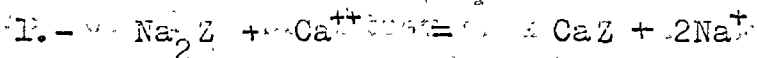
<u>Cationes</u>		<u>Aniones</u>	
Calcio	$Ca^{++}$	Bicarbonato	$HCO_3^-$
Magnesio	$Mg^{++}$	Carbonato	$CO_3^{=}$
Sodio	$Na^+$	Sulfato	$SO_4^{=}$
Potasio	$K^+$	Cloruro	$Cl^-$
Hierro	$Fe^{++}$	Nitrato	$NO_3^-$
Manganeso	$Mn^{++}$	Silicato	$SiO_3^{=}$
Aluminio	$Al^{+++}$	Bisilicato	$H_2SiO_3^-$

Se han descubierto en la naturaleza y después sintetizado materiales especiales de intercambio iónico. Tienen la propiedad de intercambiar los iones arriba listados (y otros no listados) con los iones del medio. En el proceso de intercambio iónico no existen cambios físicos, sino sólo intercambio de iones.

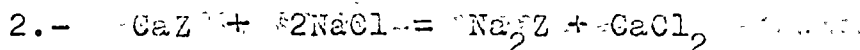
El intercambio de iones sólo se aplica a las impurezas disueltas no a la materia en suspensión. Para proteger al medio el agua deberá estar libre de turbidez.

#### 01 ABLANDAMIENTO CON ZEOLITAS

Hace muchos años se descubrieron depósitos de materiales de silicatos de aluminio-sodio y se encontró que usados como medio filtrante podían intercambiar iones sodio por iones calcio y magnesio. Cuando el sodio ha quedado exhausto es posible invertir la reacción lavando el medio con una solución concentrada de sal (salmuera, cloruro de sodio). En términos simplistas, sustituyendo por la letra "Z" el complejo de silicato de aluminio, las ecuaciones de intercambio se pueden escribir como sigue:



Para la regeneración de la zeolita con sal:



Las reacciones anteriores son válidas para las zeolitas naturales como para los materiales sintéticos. Sin embargo los sintéticos tienen mayor capacidad de intercambio iónico, o sea que, las

naturales tienen una capacidad de 2500 a 5000 granos por pie cúbico y las sintéticas tienen de 10,000 a 32,000 granos por pie cúbico. Estas capacidades son granos de dureza como  $\text{CaCO}_3$  por galón de agua. Por lo que una zeolita con capacidad de 10,000 granos por pie cúbico es capaz de ablandar 10,000 galones de agua que tenga un grano por galón de dureza (17.1 ppm) como  $\text{CaCO}_3$ .

## .02 EQUIPO Y OPERACION

Un suavizador de zeolitas es bastante similar al filtro de presión pero en lugar de usar arena como medio filtrante se usa una zeolita. En la mayoría de los suavizadores de zeolita el agua entra a través del distribuidor superior, atraviesa la cama de zeolita y sale al servicio por el sistema de bajo-drenaje. Después de que la cama ha quedado exhausta se retrolava. El flujo de agua para el retrolavado depende del tipo de resina, de la temperatura del agua y del área libre arriba de la cama y varía de 4 a 10 galones por minuto por pie cuadrado de cama.

La segunda etapa es la regeneración de la resina, haciendo pasar a través de resina una solución concentrada de sal (salmuera), la cual se prepara externamente al suavizador en un tanque anexo.

La etapa final del proceso de regeneración es el lavado para eliminar el exceso de salmuera.

## .03 CONTROL MANUAL Y SEMIAUTOMATICO

La operación manual se realiza operando una váli-

válvula multipuerto basada en el gasto de agua tratada, indicado por un medidor de flujo. Frecuentemente, el operador llevará a cabo cada 30 minutos pruebas de dureza, para que llegado el momento de agotamiento de la resina proceda a efectuar manualmente los ciclos de retrolavado, regeneración y lavado.

El control semi-automático se efectúa controlando con un timer los ciclos de retrolavado, regeneración y lavado.

#### .04 CONTROL AUTOMATICO

El control automático se basa comunmente en el flujo del agua tratada. Después de llegar a la cantidad prefijada de agua tratada, se transmite una señal al programador para iniciar la regeneración. El programador mueve la válvula multipuerto para efectuar, en base al tiempo, cada uno de los pasos de la regeneración.

El control automático en base al flujo es aplicable cuando la dureza del agua es más o menos constante, cuando ello no es así se utiliza un analizador automático de dureza para iniciar y terminar el programa de regeneración. (Ver Fig.19 y 20)

#### .05 INTERCAMBIO DE CATIONES CON ZEOLITA DE HIDROGENO

Como se vió anteriormente la zeólita regenerada con sal, intercambiará sodio por otros cationes que tengan 2 ó más cargas positivas. De modo que el agua después de pasar por la cama de zeólita contendrá iones sodio en lugar de los otros

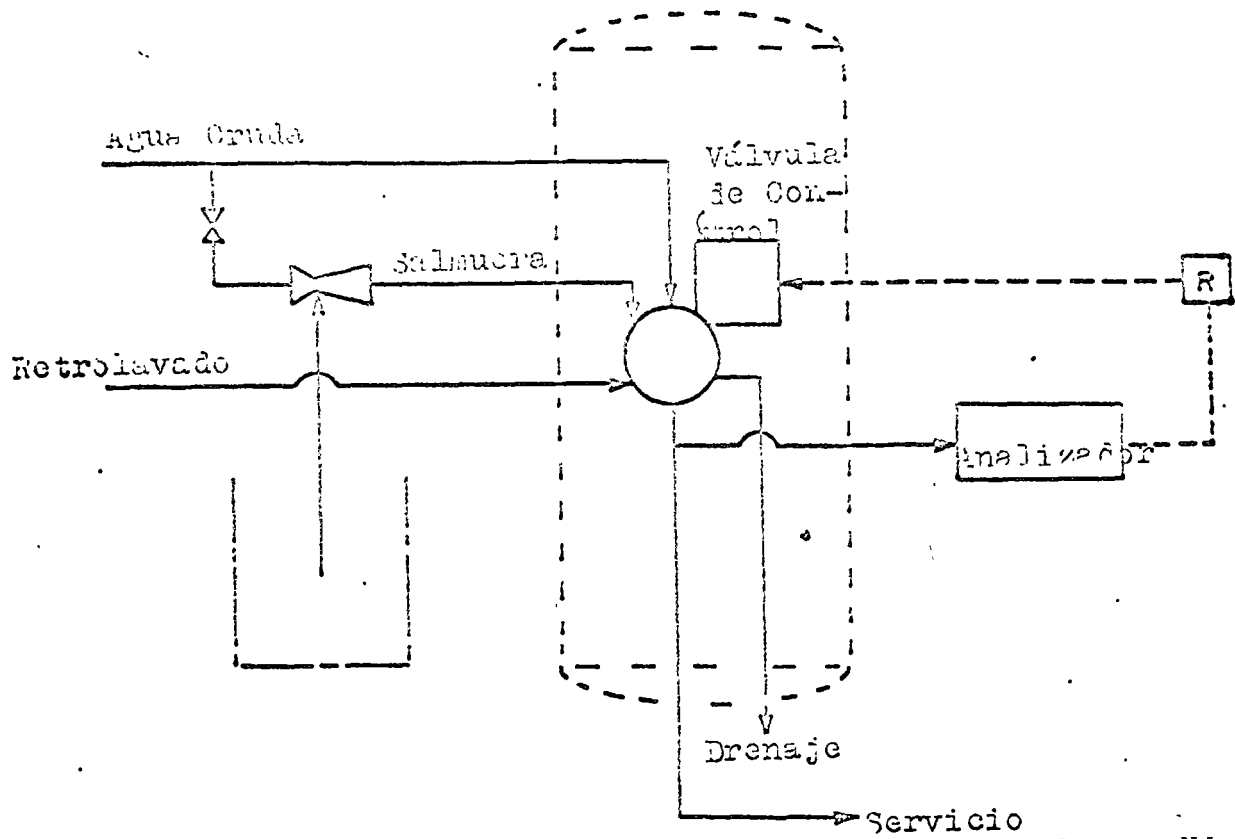


Figura 19

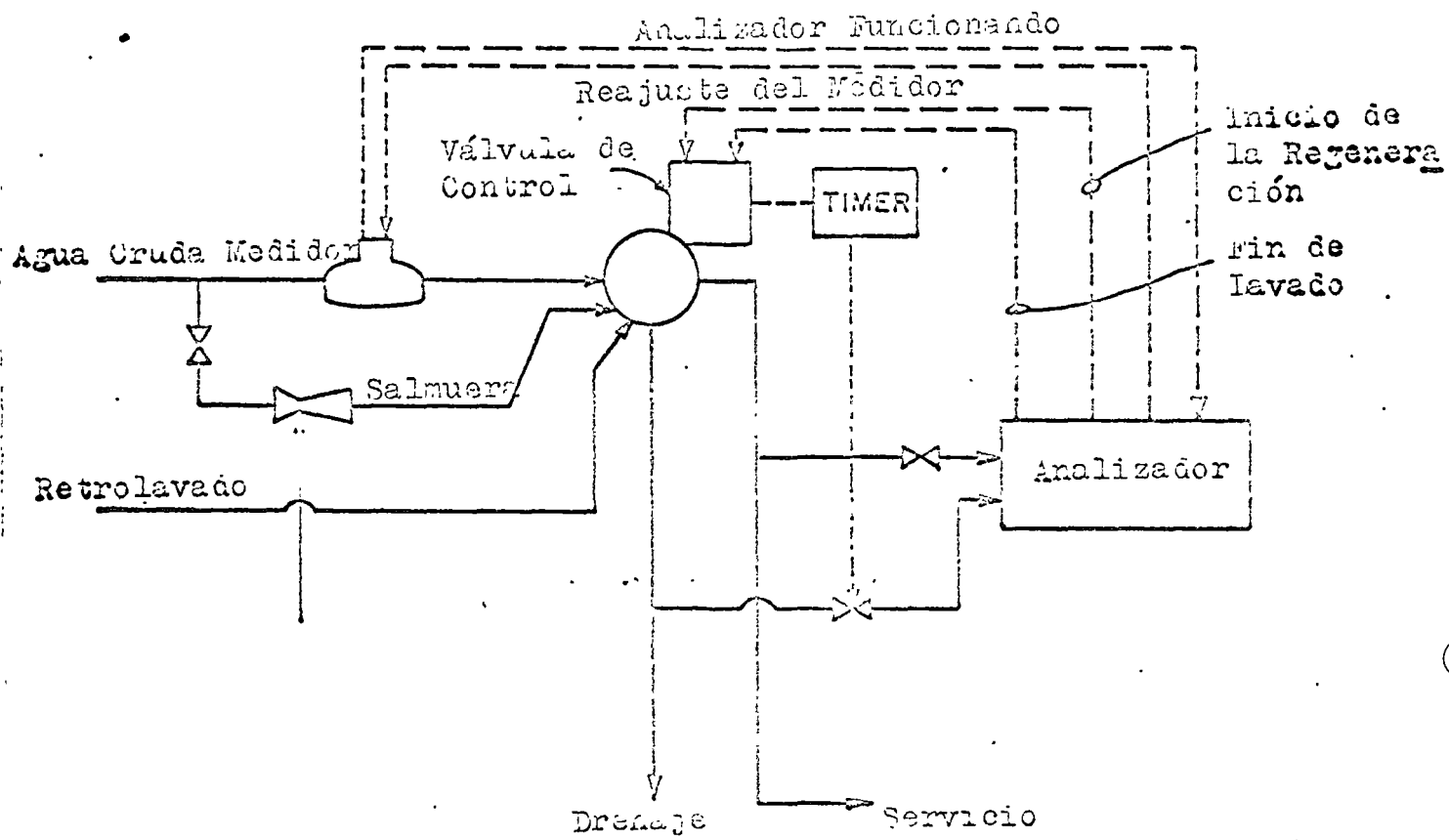
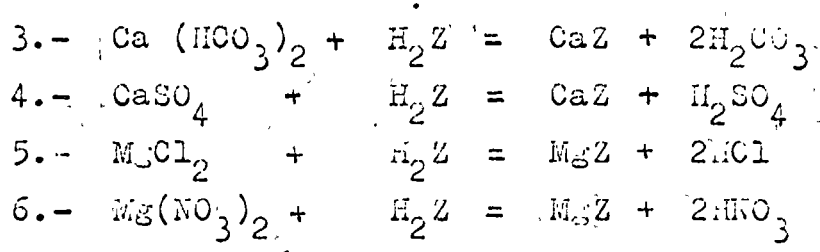


Figura 20

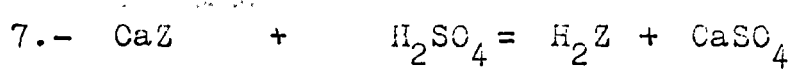
cationes como calcio, magnesio, etc.

Se han encontrado materiales de intercambio iónico no silícicas que se regeneran con ácido. Estos materiales intercambian iones hidrógeno por otros cationes.

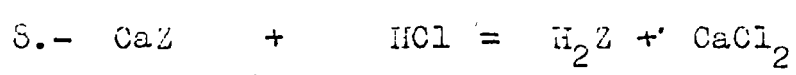
Las ecuaciones de intercambio catiónico usando este tipo de zeolitas hidrógeno se pueden escribir como sigue:



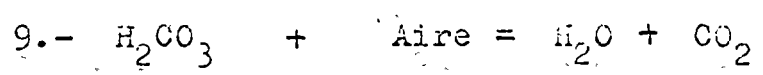
La regeneración de la zeolita se hace con ácido y el comúnmente usado es el ácido sulfúrico:



También llega a utilizarse el ácido clorhídrico cuando el agua contiene grandes cantidades de calcio y el sulfato de calcio resultante de la reacción con ácido sulfúrico pueda precipitar sobre la cama de zeolita:



Como los bicarbonatos son convertidos en ácido carbónico. Este es bastante inestable y puede ser eliminado por deaireación o degasificación:



Los ácidos sulfúrico, nítrico y clorhídrico son estables y no se pueden eliminar por aereación o degasificación. Para ello es necesario utilizar un neutralizador alcalino a través del control del pH. Ver Fig. 21.

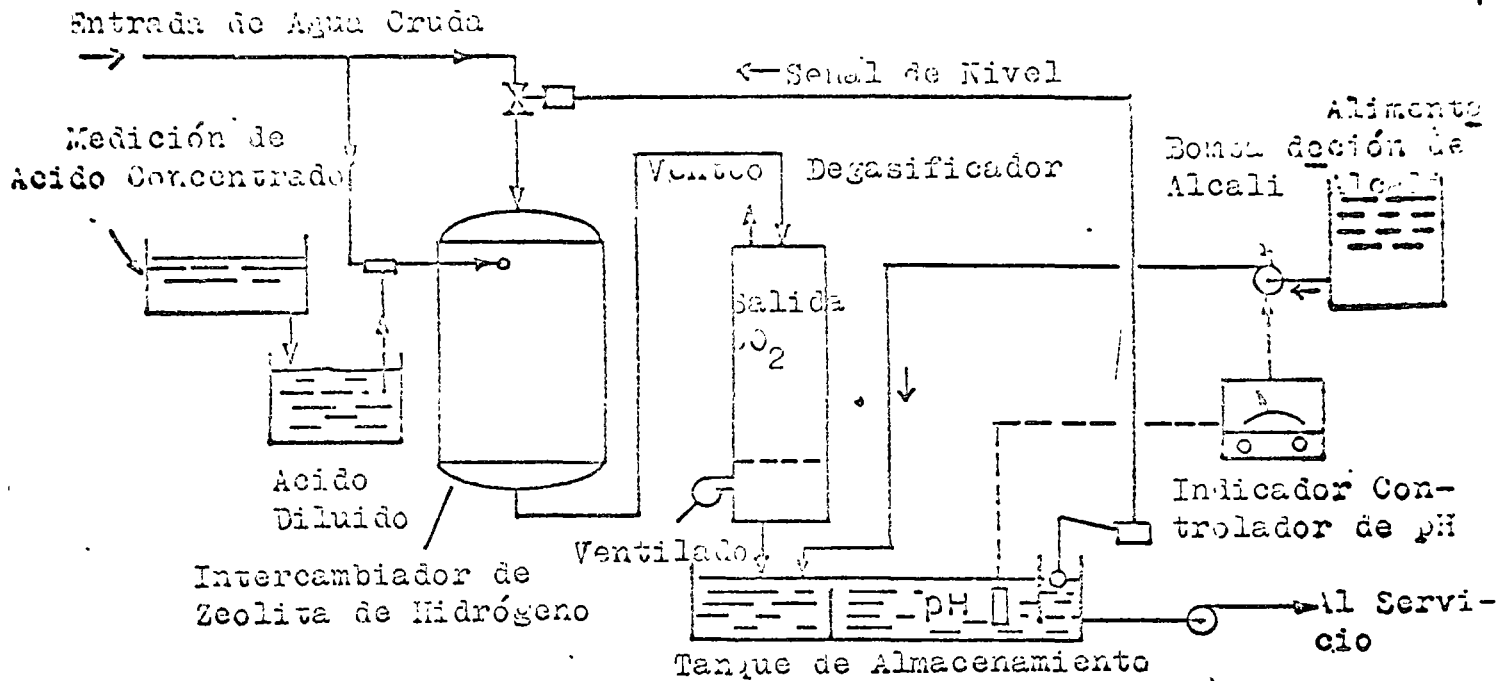


Figura 21

## .06 DEMINERALIZACION

En este proceso las sales contenidas en el agua se eliminan por intercambio iónico.

Los principios del intercambio iónico son los mismos expuestos anteriormente. Existen dos tipos de resinas de intercambio usadas:

- a) La resina de intercambio catiónico, regenerada con ácido, es el mismo material utilizado en el párrafo anterior.
- b) Las resinas de intercambio aniónico son materia los sintéticos orgánicos con uno o varios grupos activos de aminas.



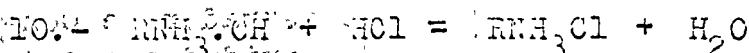
Existen dos tipos: débilmente básicas o fuertemente básicas.

Las débilmente básicas eliminan sulfatos, cloruros y nitratos y se regeneran con solución de carbonato de sodio.

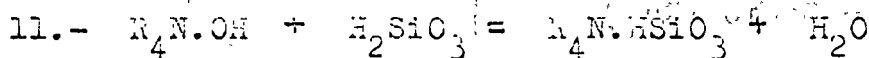
Las fuertemente básicas eliminan los aniones anteriores y además la sílice, dióxido de carbono y sulfuros. Estas se regeneran con sosa caústica (NaOH).

Las reacciones típicas de estas resinas son las siguientes:

Con resinas débilmente básicas:



Con resinas fuertemente básicas:



#### .07 CONTROL

En demineralizadores de cama mixta se usa la medición de conductividad para controlar el proceso de regeneración. Es importante la compensación de temperatura pues la medición de conductancia específica se ve afectada notablemente por variación en la temperatura.

En años recientes se ha venido utilizando el análisis colorimétrico automático para supervisar el contenido de sílice.

La Fig. 22 nos muestra un sistema de control de un sistema demineralizador el cual puede incluir uno, varios o todos los instrumentos mostrados.

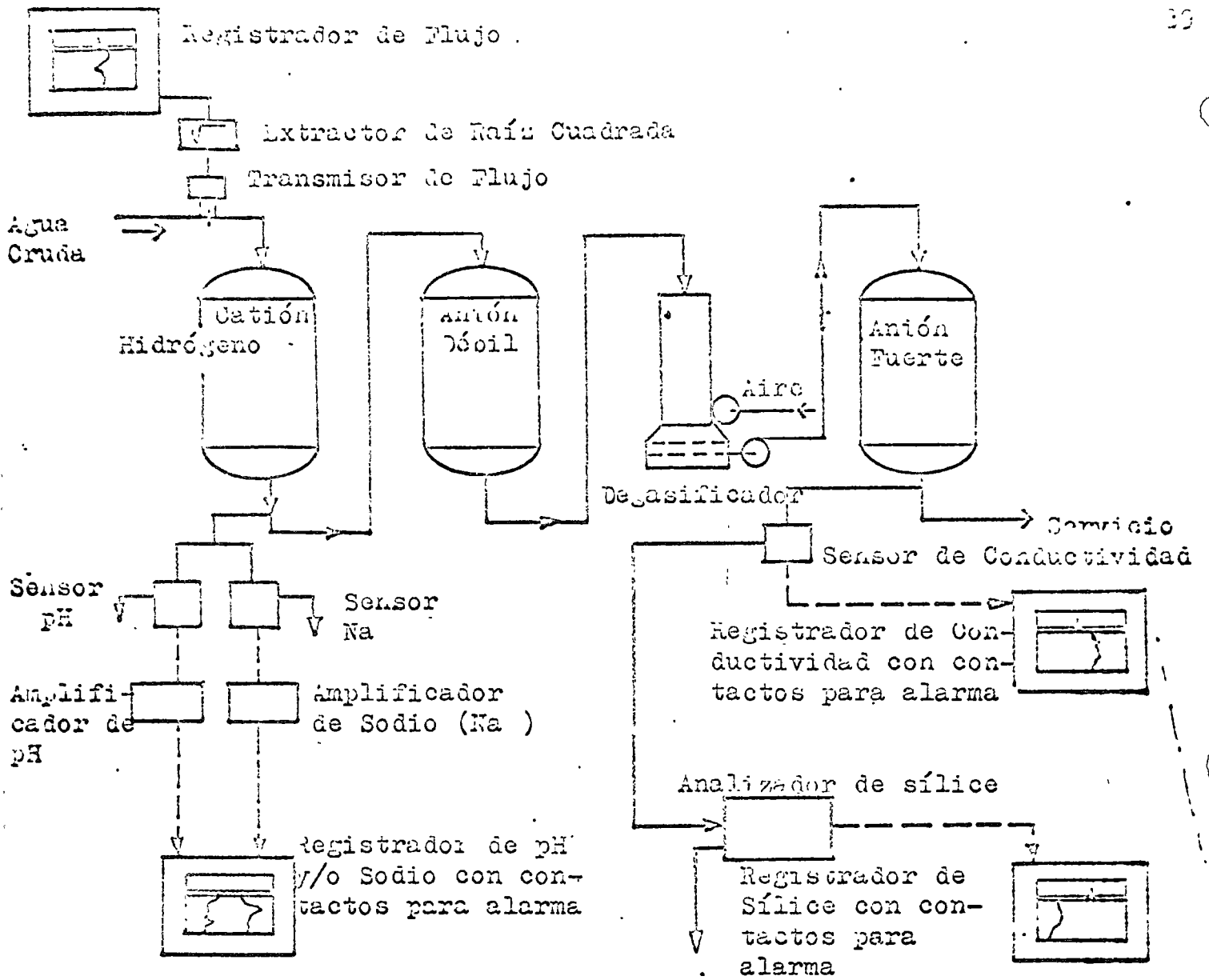


Figura 22

*[Faint, mostly illegible text, possibly bleed-through from the reverse side of the page.]*

Noviembre 1974

Ing. Daniel Curiel V.

1. MEDICION DE CONDUCTIVIDAD

1.00 MEDICION DE CONDUCTIVIDAD

1.01 GENERALIDADES

La conductividad electrolítica es básicamente la habilidad de conducción eléctrica de los iones presentes en una solución acuosa cuando se tiene una fuerza electromotriz entre dos electrodos en la solución. El término electrolítico se usa porque la solución contiene un electrolito.

El mecanismo de la conducción electrolítica difiere de la de los metales, en estos la corriente es conducida por electrones libres. La conductividad electrolítica no es específica y todos los iones presentes en una solución contribuyen en ella.

El flujo de corriente en las soluciones es originada por la migración de iones hacia los electrodos que presentan cargas eléctricas opuestas a las de esos iones. En una solución salina, por ejemplo, los iones  $Na^+$  emigran al electrodo cargado negativamente: el cátodo; mientras que los iones  $Cl^-$  son atraídos por el electrodo positivo: el ánodo.

Cuando llegan a sus respectivos electrodos, los iones cargados positivamente adquieren electrones, mientras que los cargados negativamente desprenden sus electrones y ambos quedan neutralizados.

Este intercambio de electrones completa el circuito eléctrico a través de la solución y establece un flujo de corriente que depende de:

- 1.- El número y tipo de iones presentes en la solu

ción (determinado por la concentración y el grado de ionización del compuesto ionizable).

- 2.- El área efectiva de los electrodos.
- 3.- La diferencia de potencial entre los electrodos.
- 4.- Distancia entre los electrodos.
- 5.- La temperatura de la solución.

Si para un compuesto químico los puntos 2 a 5 se mantienen constantes, la conductividad es una medida directa del número de iones en la solución y para muchos productos químicos que se disocian casi completamente en iones, es una medida directa de la concentración.

## .02 UNIDADES

La conductividad eléctrica o conductancia eléctrica específica está definida como el recíproco de la resistencia en OHMS medida entre las caras opuestas de 1 cúbico de 1 cm. de arista. La resistencia  $R_x$  de la celda de conductividad de área constante, sumergida o llenada con la solución a determinar, es proporcional a la distancia "l" entre los electrodos, inversamente proporcional al área "a" del electrolito e inversamente proporcional a la constante intrínseca de la solución: la conductividad eléctrica específica (S.C.):

$$SC = \frac{1}{a} \times \frac{1}{R_x} \quad (1)$$

y dimensionalmente

$$S.C. = \frac{cm^2}{cm} \times \frac{1}{OHMS} = \frac{1}{OHM-cm} = mhos/cm \quad (2)$$

El término  $1/SC$  es la resistividad eléctrica o resistencia eléctrica específica y está expresada

como OHM-cm. El término  $l/a$ , dimensionalmente  $cm^{-1}$ , es la constante efectiva de la celda. Aunque en la práctica las celdas de conductividad no están diseñadas para saber el valor de  $l$  ó  $a$ , la constante de la celda se determina midiendo la resistencia de una solución de conductancia o resistencia específica. El valor de esta constante  $K$  es igual a:

$$K = \frac{R_x \text{ (Resistencia de la solución OHM-cm)}}{\text{Resistencia específica, OHM-cm}} \quad (3)$$

### .03 CIRCUITO DE MEDICION

El método histórico para medir la conductividad consiste en poner 2 placas paralelas en la solución y medir la resistencia de esa solución con un Puente de Wheastone de C.A. como se ilustra en la Fig. 1

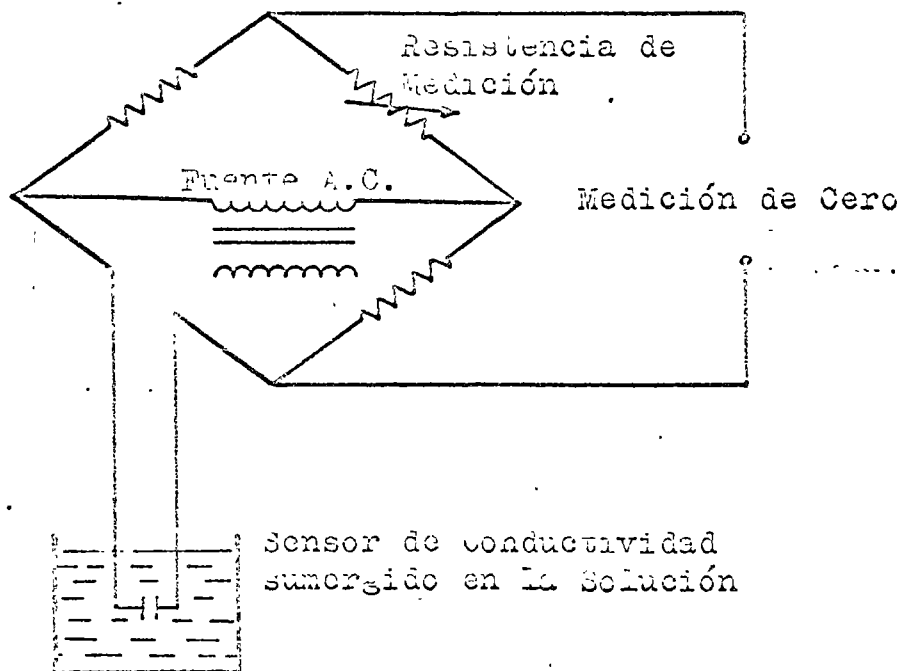


Figura 1

El sistema tiene la desventaja de que es bastante sensible al ensuciamiento de los electrodos y cualquier ensuciamiento aumenta la resistencia y falsa la medición.

.04 OPERACION DE LA Celda DE MEDICION HONEYWELL

El sistema de conductividad Honeywell usa el principio potenciométrico de operación para tener un sensor que sea relativamente libre de los efectos de ensuciamiento en los electrodos.

En una forma esquemática simplificada, el sensor consiste de cuatro electrodos y una red de resistencia,  $R_N$ , en serie con un electrodo. Su operación es la siguiente: Ver Fig. 2

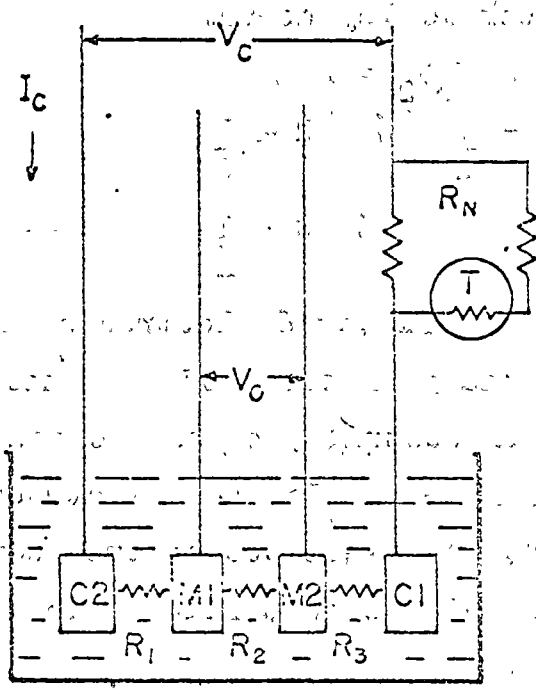


Figura 2

- 1.- Se establece una corriente  $I_c$  a través de los electrodos externos o de corriente del sensor ( $C_1$  y  $C_2$ ).
- 2.- Debido a la resistencia del agua hay una caída de voltaje y por consiguiente un gradiente de voltaje entre los electrodos  $C_1$  y  $C_2$ .
- 3.- A causa de este gradiente de voltaje hay un gra diente proporcional de voltaje entre los electrodos  $M_1$  y  $M_2$ .
- 4.- Si la corriente  $I_c$  que fluye a través de los electrodos  $C_2$  y  $C_1$  se controla para que el voltaje  $V_o$  entre los electrodos  $M_1$  y  $M_2$  se mantenga constante ( $K$ ) sin importar la resistencia del agua. La lineal con la conductancia ( $G$ ) de la solución acuosa.
- 5.- De acuerdo con la Ley de OHM:

$$V_o = I_c R_2 = K \tag{4}$$

$$G = \frac{1}{R} \quad \text{ó} \quad R = \frac{1}{G} \tag{5}$$

$$K = \frac{I_c}{G} \quad \text{ó} \quad G = \frac{I_c}{K} \tag{6}$$

En el sensor Honeywell hay 6 electrodos, o sea, 5 electrodos de punta y un electrodo de anillo. El electrodo de punta central y el anillo son los electrodos de corriente. Los dos electrodos de punta a cada lado del electrodo central son un par de electrodos de voltaje en paralelo para obtener un efecto promedial.

La red de resistencia  $R_m$  tiene un valor nominal de 225,000 a 3,000,000 OHMS dependiendo del rango y que tiene 2 razones de ser:

- 1.- Proporcionar una compensación de temperatura por medio del uso de un termistor.



2.- Proporcionar una gran resistencia en serie con los electrodos de corriente para minimizar el efecto del cambio de resistencia por ensuciamiento de los electrodos.

#### .05 POLARIZACION DE LOS ELECTRODOS

La temperatura de referencia de las conductancias específicas es usualmente 25°C. Puesto que la conductividad se ve afectada por la temperatura de la solución, es una práctica usual referir los valores de conductividad a 25°C por medio de una compensación automática interconstruida en el sensor.

#### .06 APLICACION EN CALDERAS

El agua utilizada en las calderas deberá tener una cierta cantidad máxima de sólidos en solución dependiendo de la presión de operación de la misma. Esta cantidad de sólidos se mantiene un máximo nivel mediante una línea de purga tanto manual como automática.

El parámetro de control es la conductividad.

Debe reconocerse que no todos los sólidos en solución se ionizan y de ahí que la medición de la conductancia específica no es el valor verdadero de los sólidos totales disueltos. Sin embargo, se estima que la relación de sólidos disueltos no-ionizables y ionizables se mantiene constante.

El sistema de control se muestra en la Fig. 3

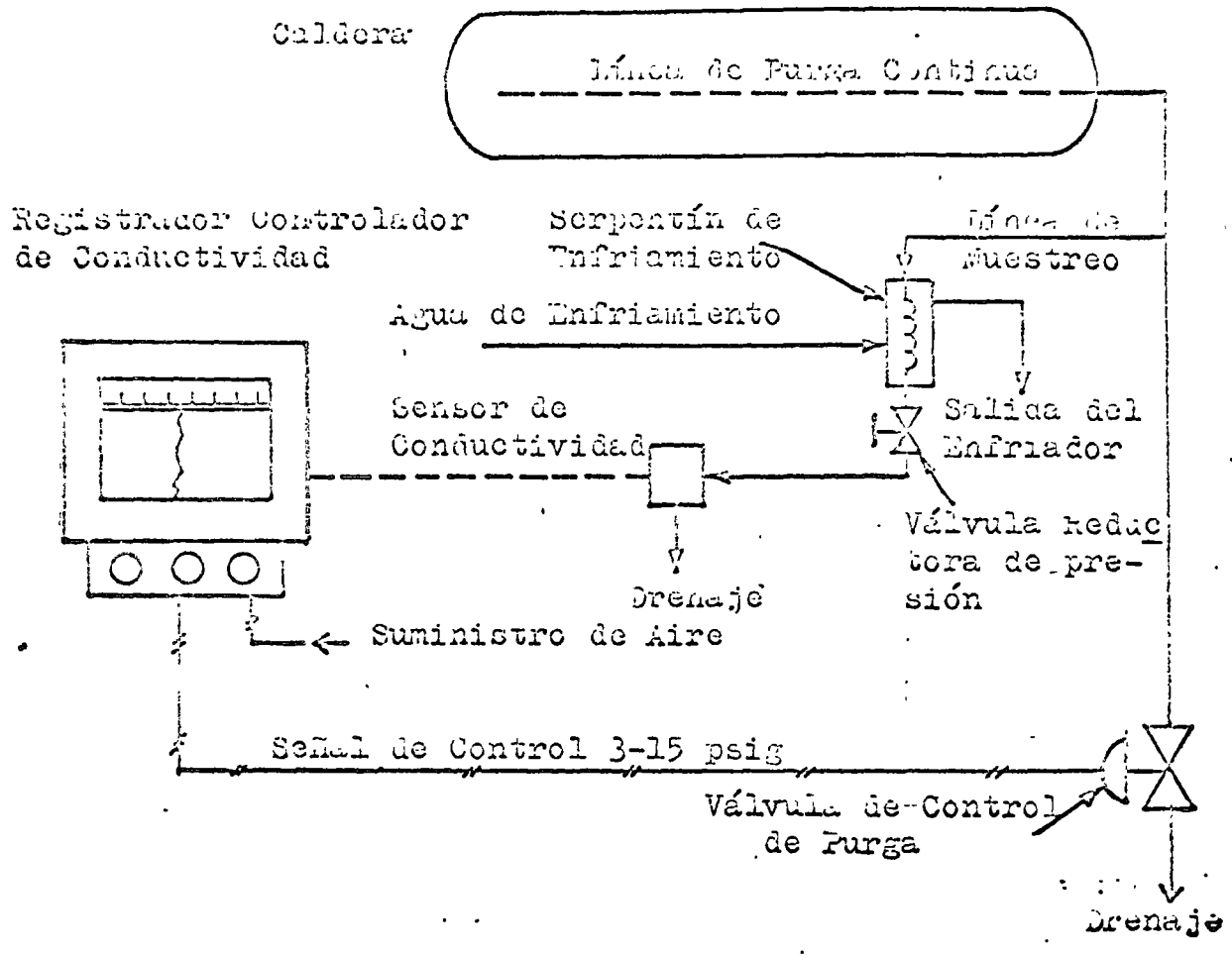


Figura 3

Faint, illegible text at the top of the page, possibly bleed-through from the reverse side.

MEDICION DE OXIGENO DISUELTO

Main body of faint, illegible text, likely describing a procedure or results related to dissolved oxygen measurement.

## DETECCION DE OXIGENO DISUELTOS

### 1.00 DETECCION DE OXIGENO DISUELTOS

#### .01 DEFINICION

Esta es la medida del oxígeno libre en el agua, no el oxígeno en la molécula de agua, ni el oxígeno combinado químicamente con sólidos disueltos o en suspensión en el agua.

Es de primordial importancia en el monitoreo de agua contaminada y en el control del proceso de aereación.

El sensor utilizado para estas aplicaciones mide concentraciones del rango de ppm y no se utiliza para medir trazas del orden de partes por billón encontradas en las pruebas de oxígeno para el agua de alimentación a calderas.

#### .02 TEORIA DE OPERACION DE LA CELDA POLAROGRAFICA

Una celda polarográfica es esencialmente una celda electrolítica que consiste de un ánodo (electrodo positivo) y un cátodo (electrodo negativo) sumergido en un electrolito. Si se aplica un voltaje a través de los electrodos se puede observar un flujo de corriente el cual dependerá de la concentración y ionización del electrolito.

La Fig. 1 nos muestra un diagrama esquemático básico de una celda electrolítica.

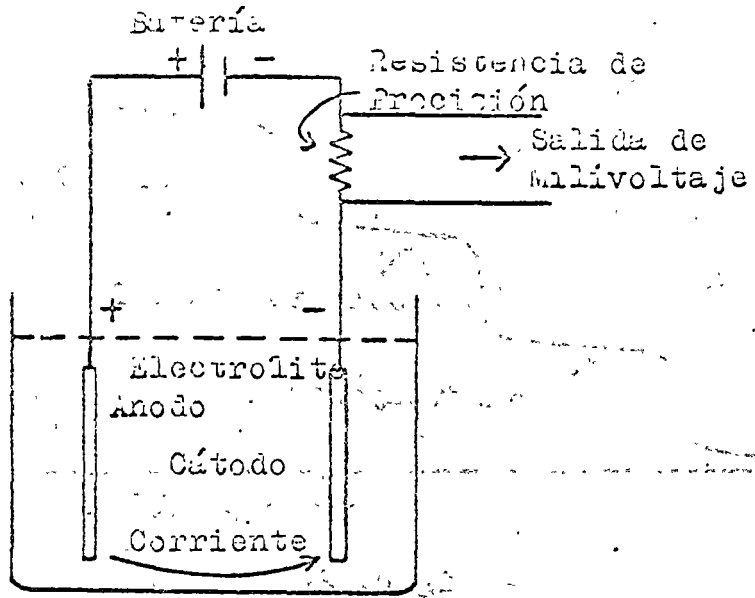


Figura 1

Cuando una solución conteniendo un número de constituyentes se analiza utilizando las técnicas polarográficas, se incrementa gradualmente el voltaje a través de los electrodos y se registra el correspondiente valor de la corriente.

La Fig. 2, nos muestra un dibujo de un polarograma típico.

Un polarograma nos indica el constituyente de acuerdo al valor del voltaje aplicado y nos indica su concentración se encuentra cuantificada por la altura de esa onda.

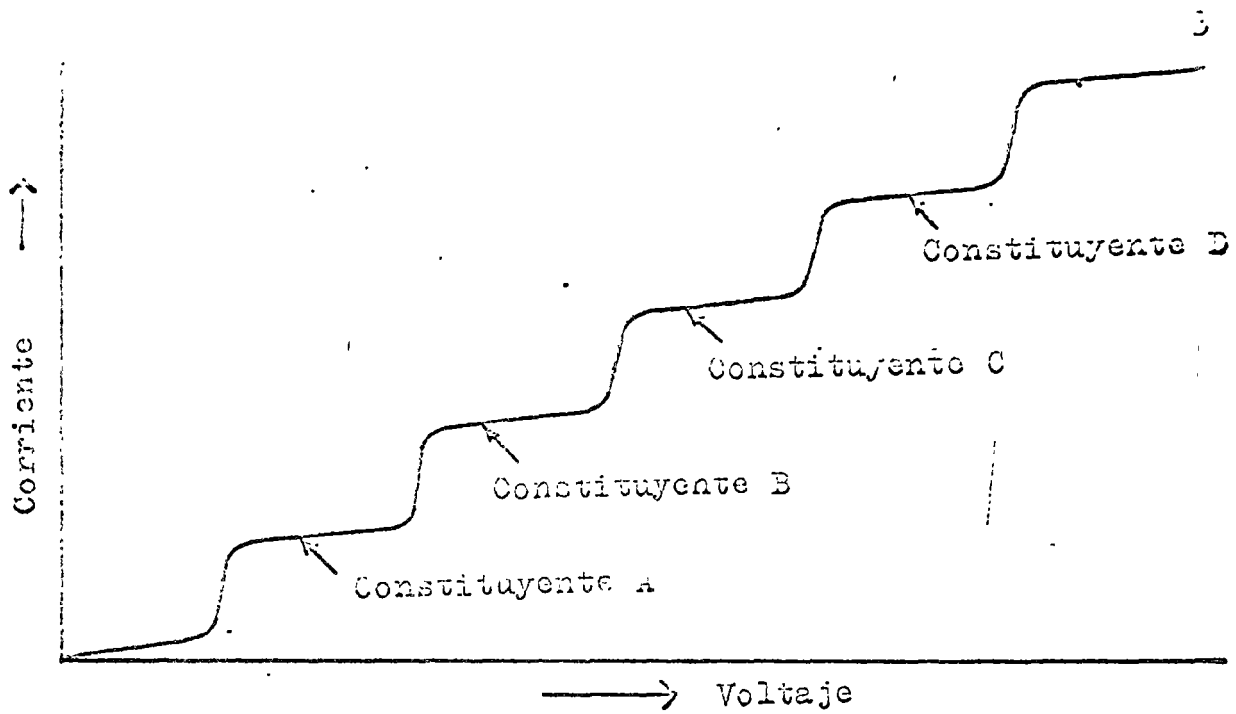


Figura 2

### 3.03 OPERACION DEL SENSOR DE OXIGENO DISUELTO

El sensor de oxígeno disuelto está construido para analizar selectivamente la cantidad de oxígeno disuelto en el agua sin la interferencia de los iones de otros sólidos disueltos en ella. Ver Fig.

3

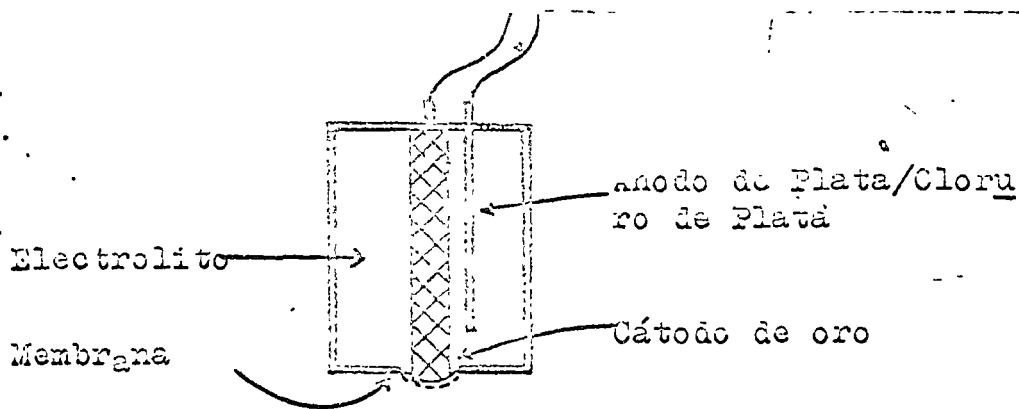
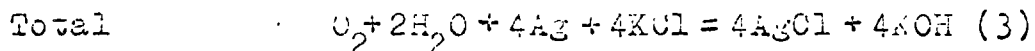
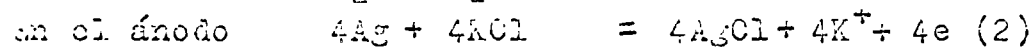
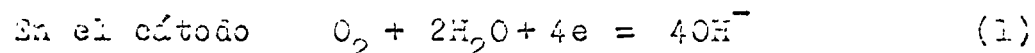


Figura 3

En el sensor se tiene un cátodo de una aleación de oro-plata-platino y un ánodo de plata/cloruro de plata, sumergidos en un electrolito de hidróxido de potasio y cloruro de potasio disueltos en agua. La celda electrolítica se encuentra encerrada por un recipiente de plástico cuya única entrada para el oxígeno es a través de la delgadísima membrana permeable que cubre el cátodo. Este tipo de construcción aísla los electrodos y el electrolito del agua en la que se sumerge el sensor, sólo permitiendo que el oxígeno alcance el cátodo, sin dejar que otros iones lo hagan.

Las reacciones químicas que se efectúan dentro del sensor son:



Por cada molécula de oxígeno reducida, entran a la celda 4 electrones a través de cátodo y salen 4 por el ánodo. De ello resulta un flujo de corriente el cual es directamente proporcional al oxígeno reducido. Como sólo el oxígeno de la solución se trata de determinar, el potencial a través de la celda no se varía. Se ha determinado que el potencial óptimo aplicable entre los electrodos cuando se va a medir oxígeno es de 0.8 volts.

#### .04 UNIDADES DE MEDICIÓN

Los mili. gramos por litro (mg/l) se definen como el peso actual del oxígeno presente en un litro de agua. Para la mayoría de las aplicaciones el

cambio en el volumen con la temperatura es despreciable por lo que esta unidad es independiente de las variaciones de temperatura y de presión barométricas.

las partes por millón (ppm) se definen como las partes en peso de oxígeno disuelto en un millón de partes en peso de la muestra. Para la mayoría de las aplicaciones, como la densidad del agua es 1 gr/centímetro cúbico por lo que mg/l y ppm son intercambiables. Cuando la densidad de la muestra se desvía significativamente de la unidad entonces:

$$\text{ppm} = \text{mg/l} \times \frac{1}{\text{densidad de la muestra (gr/centímetro cúbico)}} \quad (4)$$

El porcentaje (%) de saturación relación de cantidad de oxígeno en el agua con la cantidad que esa misma agua debiera tener al 100% de saturación a la misma temperatura y presión barométrica. Como podrá observarse los cambios en la temperatura y la presión barométrica afectan la cantidad de oxígeno disuelto en agua al 100% de saturación.

**.05 EFECTO DE LA TEMPERATURA**

En todos los sensores de oxígeno disuelto debe considerarse los efectos de la temperatura principalmente porque:

- 1.- Existen cambios mecánicos y eléctricos dentro del sensor debidos a cambios en temperatura.
- 2.- La solubilidad del oxígeno en agua cambia con la temperatura.



Los circuitos de compensación por temperatura normalmente se encuentran interconstruidos en el sensor para referir la medición efectuada a la temperatura estándar.

#### .06 EFECTO DE LA PRESION BAROMETRICA

Los cambios en la presión barométrica no afectan al sensor calibrado en mg/l ó ppm. Sin embargo el sensor calibrado para leer su porcentaje de saturación si se ve afectado por los cambios en la presión barométrica puesto que la solubilidad del oxígeno varía directamente con la presión barométrica.

#### .07 EFECTO POR LA PRESENCIA DE SOLIDOS DISUELTOS

Los sólidos disueltos en el agua cambian la actividad del oxígeno en la solución de forma que si el sensor está calibrado en agua limpia y es colocado en agua con sólidos disueltos ionizados, su lectura será más alta de lo que deba ser. Esto es, al haber un incremento en sólidos disueltos, tales como cloruros, disminuirá la cantidad de oxígeno disuelto en el agua requerido para producir una presión equivalente parcial. Para la mayoría de las aplicaciones, sólo se consideran los cloruros como las sales disueltas en el agua.

#### .08 EFECTO DE OTROS GASES DISUELTOS

Existen ciertos gases disueltos que afectan la operación del sensor al estar presentes en cantidades apreciables. En algunos casos entran en la reacción electroquímica y en algunos otros envenene



nan los electrodos, por ejemplo el cloro, bióxido de azufre, dióxido de nitrógeno y ácido sulfúrico. Es difícil generalizar en esta materia ya que el diseño y el tipo del sensor pueden cambiar los efectos de los gases disueltos.

#### .09 MOVIMIENTO DEL AGUA A TRAVÉS DEL SENSOR

Todos los sensores de oxígeno disuelto deben operar haciendo pasar el agua por ellos. El agua adyacente al área del sensor deberá reemplazarse continuamente de modo de que el contenido de oxígeno del agua en todos sus puntos sea representativo de la muestra. Si el sensor se coloca en agua estancada la lectura caerá debido al oxígeno consumido, el cual no será reemplazado rápidamente por difusión.

## 2.00 AGUAS CONTAMINADAS INDUSTRIALES

### .01 CONTAMINANTES

Por siglos, los ríos y las corrientes han sido nuestro desagüe para las plantas de tratamiento, proporcionando dilución, aeración, coagulación y sedimentación. Esta característica de autopurificación de las corrientes depende del flujo, la turbulencia y la temperatura. La vida acuática, las plantas que proveen el oxígeno, los organismos de los que se alimentan los peces y los peces mismos, forman parte del ciclo natural de purificación. Con el aumento de población y de densidad

Industrial, las aguas contaminadas que se vierten a los ríos y corrientes exceden la capacidad de éstas de auto-purificación.

La legislación para el control de contaminantes y obviamente las plantas de tratamiento de aguas contaminadas, tienen como objetivo, la purificación del agua hasta el punto en que por si mismas o diluidas en la corriente puedan sustentar en lugar de inhibir la vida acuática.

Básicamente las aguas contaminadas pueden clasificarse en una o más de las 4 categorías:

- 1.- Aguas contaminadas que tengan demanda de oxígeno bioquímico.
- 2.- Contaminantes tóxicos que puedan destruir los organismos de alimentación para los peces en el fondo de las corrientes.
- 3.- Contaminantes que cambien la composición química de las corrientes.
- 4.- Contaminantes que mecánicamente impidan o inhiban la vida de los peces.

.02 AGUAS CONTAMINADAS CON DEMANDA DE OXIGENO BIOQUIMICO

La demanda de oxígeno bioquímico es el oxígeno requerido por las bacterias para comer y digerir los contaminantes orgánicos. Casi cualquier tipo de contaminante consume oxígeno, tomándolo de la corriente y de la atmósfera circundante. Si la demanda de oxígeno del agua contaminada es menor que el suministro de oxígeno disponible en la corriente principal, existirán condiciones aerobicas y la corriente permanecerá limpia y sin

olor. Sin embargo, si el oxígeno disponible no es suficiente para cubrir la demanda, se establecerán condiciones anaerobias. La corriente principal depende de su acción bactericida para su purificación. Esto tomará mayor tiempo e irá acompañado frecuentemente por una decoloración severa y mal olor.

Si la descarga de aguas contaminadas se hace con un contenido de oxígeno en exceso, se establecerán condiciones anaerobias que destruirán la vegetación y la vida acuática causando aguas negras y mal olor.

Por las razones anteriores el control del oxígeno bioquímico es importante para proporcionar no más y no menos del oxígeno requerido para establecer las condiciones aerobias necesarias.

### .03 AERACION

Existen dos métodos para mantener el suministro de oxígeno en los tanques de deaeración:

1.- Burbujeando aire comprimido en los tanques o Método de Difusión. Este método es adecuado cuando no se requiere aerar grandes cantidades de agua, pues el requerimiento de grandes cantidades de aire aumenta el costo de operación.

2.- Método de Aereación de Superficie.

Este método proporciona un buen mezclado y buena distribución del oxígeno con el agua. Tienen gran flexibilidad de operación pues se puede adaptar a la demanda.

#### .04 LOCALIZACIÓN DEL SENSOR DE OXÍGENO DISUELTUO

El punto lógico para la medición del oxígeno disuelto, es cerca de la superficie pero lejos del área de cobertura del aereador de superficie. Véase

Fig. 4.

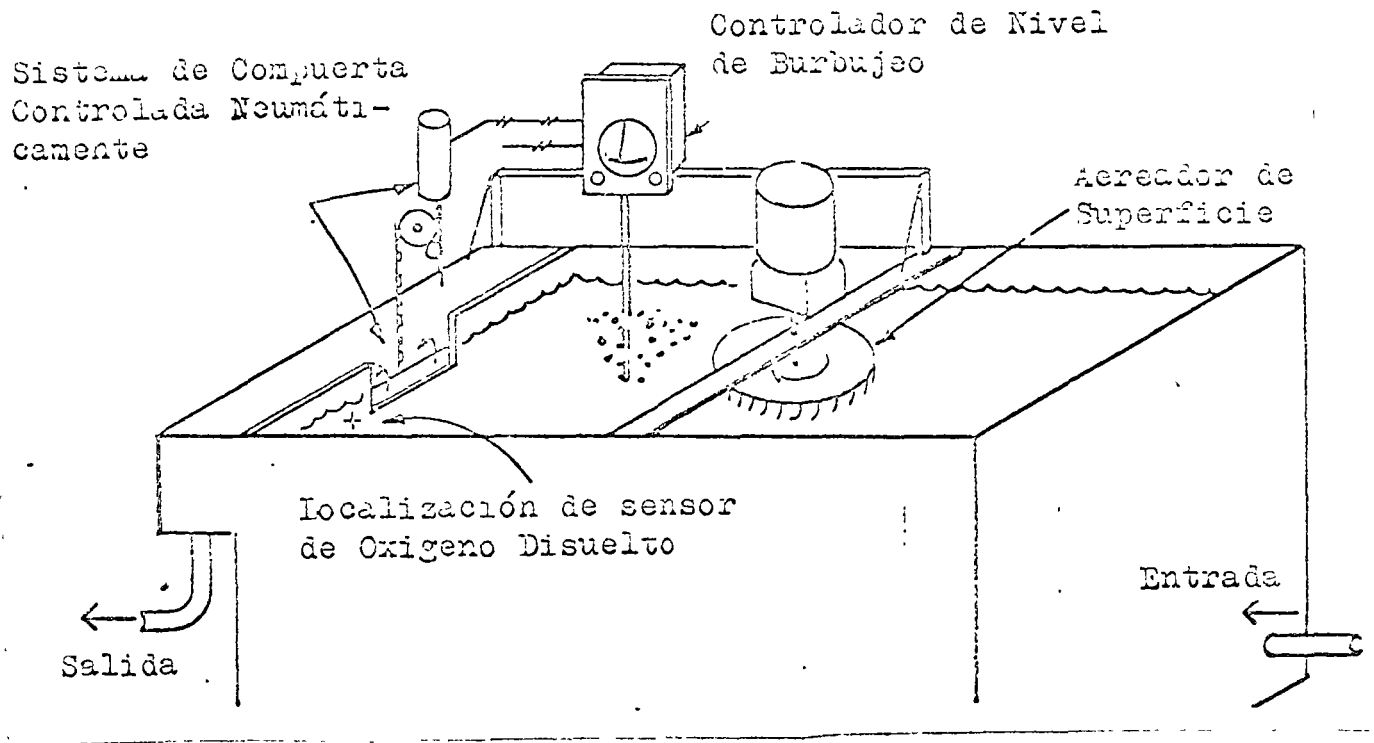


Figura 4

La localización del sensor en relación al nivel del líquido depende de la naturaleza del agua. Por ejemplo, si el agua contaminada puede contener aceites o grasas, por lo que es conveniente localizar el sensor abajo del nivel de aceite. Cuando el nivel de operación puede variar grandemente es conveniente montar el sensor sobre un flotador.

#### .05 CONTROL DEL DESAREADOR DE SUPERFICIE

La medición de oxígeno disuelto así como la de nivel, puede proporcionar un control efectivo de la aereación necesaria, asegurando una máxima eficiencia con un consumo más económico de energía.

El control utilizado puede ser:

- 1.- Control en dos posiciones, limitado a equipos con una sola velocidad. Ver Fig. 5.

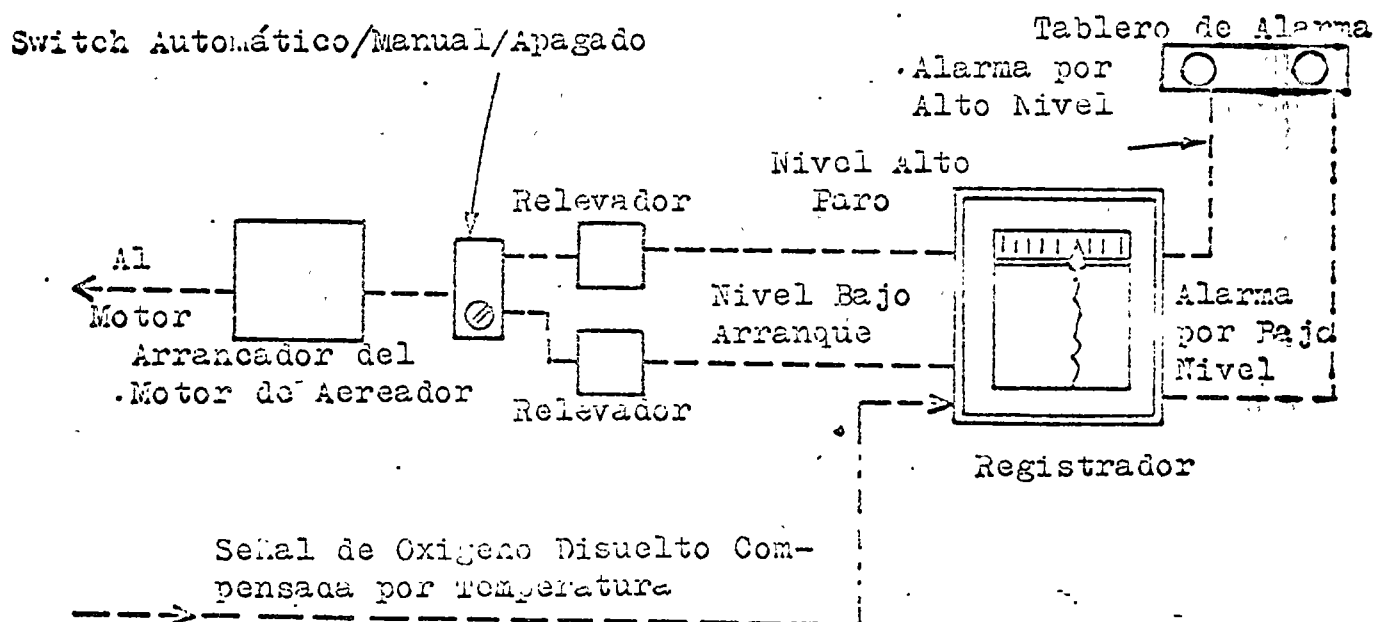


Figura 5

## 2.- Control de velocidades.

En ocasiones el arranque y paro de coperadores de superficie no es deseable en grandes tanques o lagos, pues acarrearía el asentamiento de lodos. En estos casos cuando los equipos cuentan con varias velocidades de operación se obtiene un mejor control aumentando o disminuyendo estas de acuerdo a la señal del sensor.

## 3.- Control Modulante.

Aplicable en grandes aereadores. Sólo habrá que tomar en cuenta la mínima velocidad necesaria para evitar el asentamiento de sólidos.



INDICADORES DE DESPLAZAMIENTO POSITIVO

Noviembre 1974

Int. Daniel Curiel V.

ANEXOS DE INSTRUMENTOS TOLENTVO

1.00.00 ORACIONES

Los medidores de desplazamiento positivo son medidores volumétricos de flujo, con características especiales que los hacen más adecuados para ciertas aplicaciones industriales.

Sus ventajas principales son:

- 1.- Simplicidad en el diseño requerida para hacer más fácil el mantenimiento sin necesidad de personal especialmente entrenado.
- 2.- Exactitud dentro de límites establecidos. De acuerdo con el tipo de medidor esta exactitud va desde el 0.1% al 1.5% de la lectura.
- 3.- Disponibilidad de tamaños para cubrir las diferentes condiciones de flujo: 1/2" hasta 16"
- 4.- Disponibilidad de materiales de construcción: bronce, acero, hierro, acero inoxidable, aluminio, aleación 20, etc.
- 5.- Caídas de presión razonables.
- 6.- Manejo de fluidos con altas viscosidades, desde 0.2 hasta 100,000 cp

2.00.00 TIPOS

.01.00 MEDIDORES DE DISCO

El elemento de medición de este medidor tiene un disco montado en una cámara circular. Existe una división dentro de la cámara que separa la entrada de la salida. La placa divisoria se ajusta a una

ranura en el disco y previene su rotación sobre sus ejes. El flujo del líquido a través del medidor imparte un movimiento oscilante al disco denominado nutación. El movimiento del disco es tal que la parte superior de la flecha en la cual está montado genera un cono con el ápice hacia abajo. La flecha del disco transmite el movimiento al registrador.

La Fig. 1a, b, c, d nos muestran el movimiento nutante del disco de medición.

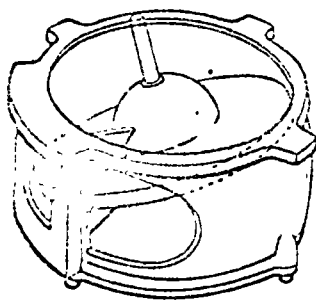


Figura 1a

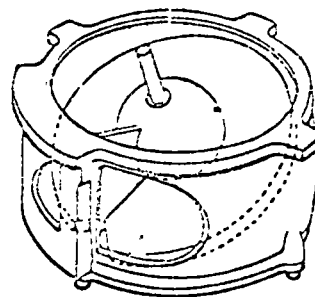


Figura 1b

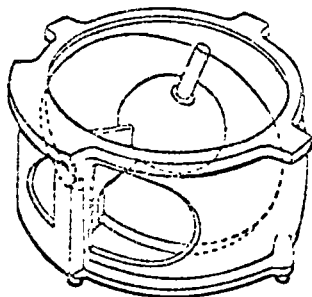


Figura 1c

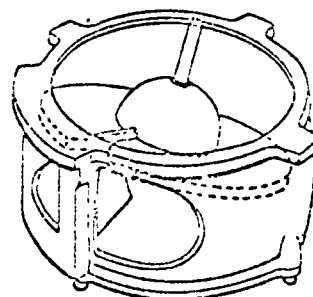


Figura 1d

Como podrá observarse la cara inferior del disco siempre está en contacto con el fondo de la cámara y la cara superior está siempre en contacto con el techo de la cámara en el lado opuesto. En esta forma la cámara está dividida en compartimientos

separados de volumen conocido. Conforme el flujo del líquido mueve el disco, los compartimientos son llenados y vaciados proporcionando una medición continua y suave.

.02.00 MEDIDOR DE PISTON OSCILANTE

La cámara de medición consiste de cinco partes básicas: la tapa superior, la tapa inferior, el cilindro, la placa divisoria y el pistón.

Las Figs. 2a, b, c y d nos muestran la simplicidad de operación de este medidor.

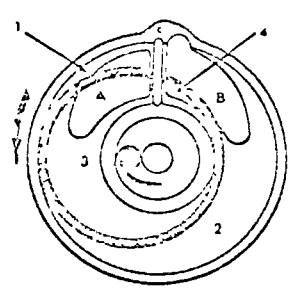


Figura 2a

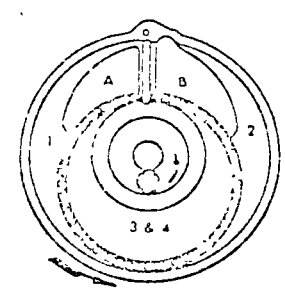


Figura 2b

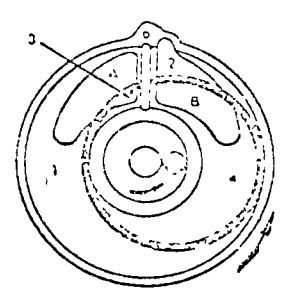


Figura 2c

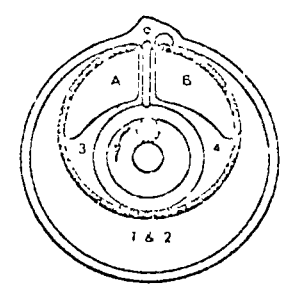


Figura 2d

En la Fig. 1a los espacios 1 y 3 reciben líquido del puerto de entrada A y los espacios 2 y 4 descargan a través del puerto B.

En la Fig. 2a el pistón ha avanzado y el espacio 1 está comunicado al puerto de entrada y ha aumentado su tamaño; el espacio 2 está comunicado al puerto de salida y ha disminuido su tamaño; mientras que los espacios 3 y 4 se mueven hacia la posición de descarga a través del puerto de salida.

En la Fig. 2b el espacio 1 está aún admitiendo líquido del puerto de entrada y el espacio 3 comienza a abrir; mientras que los espacios 2 y 4 descargaban a través de puerto de salida.

En la Fig. 2c el líquido se recibe en el espacio 3 y descarga del 4, mientras que los espacios 1 y 2 se juntan.

La única parte movable en la cámara de medición es el pistón que oscila suavemente con un movimiento circular.

### 03.00 MEDIDORES DE ROTORES OVALES

El medidor de flujo mide el flujo de líquido usando una ligera presión diferencial para rotar un par de rotores ovales. Los engranes sellan el flujo de entrada con respecto al de salida, desarrollando una presión diferencial. Ver Fig. 3a, b y c.

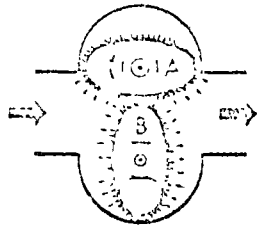


Figura 3a

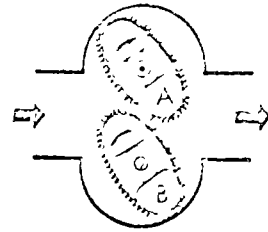


Figura 3b

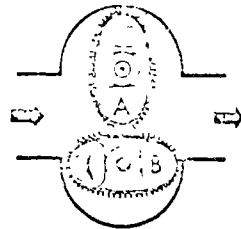


Figura 3c

Cuando los rotores se encuentran en la posición mostrada en la Fig. 3a, el motor "A" recibe un empuje originado por la diferencia de presión, las fuerzas sobre el rotor "B" se cancelan entre sí y el rotor "A" mueve el rotor "B" como se muestra en la Fig. 3b.

Cuando el rotor "A" está en la posición mostrada en la Fig. 3b pierde fuerza y el rotor "B" gana fuerza y mueve el otro rotor hacia la posición de la Fig. 3c. La acción alternante de movimiento da una rotación de fuerza casi constante sin puntos muertos.

Durante la acción del rotor, los rotores atrapan las cantidades de líquido exactas en las cámaras de medición.

.04.00 MEDIDORES ROTATORIOS (BIROTOR)

Este tipo de medidores operan bajo el principio de la turbina, o sea, el volumen es medido por el movimiento de uno o dos propelas que atrapan en su interior volúmenes precisos de líquido.

.05.00 SELECCION

Para la correcta selección del tipo de medidor a seleccionar es conveniente tomar en cuenta las características y limitaciones de cada uno. Para ello se han preparado las tablas siguientes:

.01 TEMPERATURA

Tabla 1

Tipo Medidor	Rango de temperatura	
Oval	-20 a 600°F	Nota: Estos datos pueden variar dependiendo de los materiales de construcción.
Birotor	-20 a 450°F	
Pistón	10 a 300°F	
Disco	10 a 240°F	

.02 PRESION

Tabla 2

Tipo Medidor	Rango de presión
Oval	0-1440 psig
Birotor	0-1440 psig
Pistón	0-400 psig
Disco	0-150 psig

## .03 FLUJO

Tabla 3

Tipo Medidor	Rango de Flujo	Nota:
Oval	0.1 a 1000 GPM	
Birrotor	0 a 1000 GPM	Líquido de referencia;
Pistón	0.5 a 160 GPM	agua a 80°F (1cp)
Disco	1 a 160 GPM	

## .04 VISCOSIDAD

Tabla 4

Tipo Medidor	Rango de viscosidad
Oval	0.2 a 100,000 cp
Birrotor	0.2 a 50,000 cp
Pistón	0.2 a 50,000 cp
Disco	0.2 a 50,000 cp

## .05 SOLIDOS EN SUSPENSION

Tabla 5

Tipo Medidor	Recomendación
Oval	No se recomienda
Birrotor	" " "
Pistón	Depende de la abrasividad y tamaño de la partícula
Disco	Depende de la abrasividad y tamaño de la partícula

Nota: Se recomienda el uso de filtros para estos medidores.

## .06 EXACTITUD/REPETIBILIDAD

Tabla 6

Tipo Medidor	Relación de Medición	Exactitud	Repetibilidad
Oval	10:1	- 0.5% de lect.	- 0.1%



Birotor	5:1	- 0.2% de lect.	-0.025%
Pistón	10:1	- 0.75% " "	-0.1%
Disco	10:1	- 1.5% " "	-0.25%

.07 CAIDA DE PRESION

Tabla 7

Tipo Medidor	Caída de Presión	
Oval	2 psig	Nota:
Birotor	2 psig	Se consideró agua a
Pistón	6 psig	50 GPM
Disco	6 psig	

1. The first part of the document is a list of names.

2. The second part is a list of dates.

3. The third part is a list of locations.

4. The fourth part is a list of events.

5. The fifth part is a list of people.

6.



## AJUSTE DE CONTROLADORES

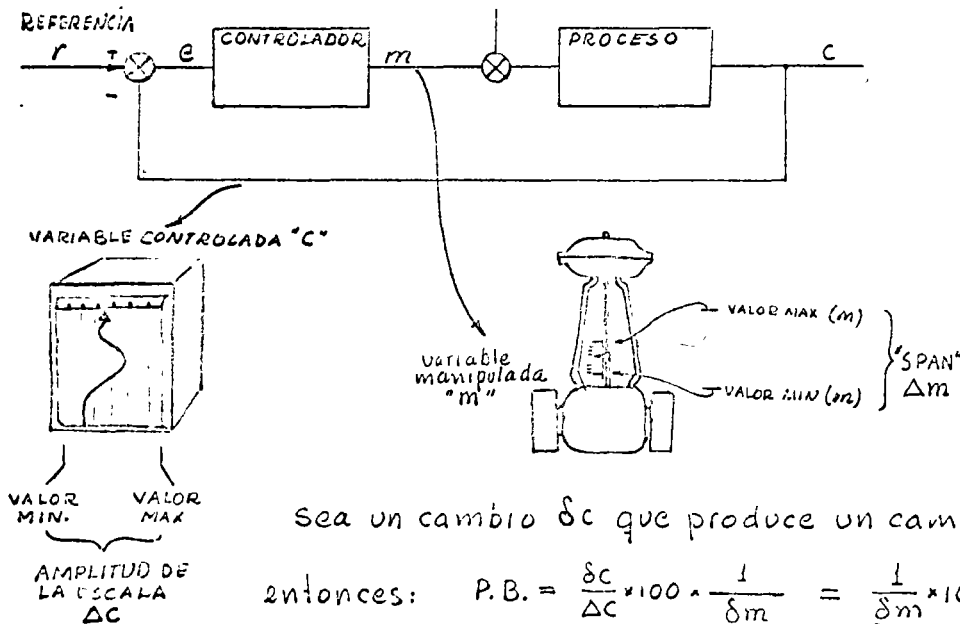
En un controlador industrial pueden observarse varios botones que sirven para ajustar los parámetros necesarios para obtener un buen control de un proceso. Estos parámetros son los coeficientes de los modos de control: PROPORCIONAL ( $K_c$ ), INTEGRAL o RESTAURADOR ( $T_r$ ) y DERIVATIVO ( $T_d$ ) definidos por las siguientes ecuaciones:

$$m_p = K_c \cdot e \quad ; \quad m_r = \frac{K_c}{T_r} \int e dt \quad ; \quad m_d = K_c \cdot T_d \cdot \frac{de}{dt} \quad ; \quad m = m_p + m_r + m_d$$

Las graduaciones sobre las cuales se deslizan los botones y los títulos típicos de ellas son:

PARA EL MODO	TÍTULO	GRADUACION
PROPORCIONAL	"P.B"	0 - 400 % ó 0 - 500 %
INTEGRAL	"RESET"	0.02 - 70 repeticiones por minuto ó 50 - 0.014 minutos por repetición
DERIVATIVO	"RATE"	0.2 - 20 minutos.

La BANDA PROPORCIONAL, "P.B" es el cambio, expresado como % de la escala que mide la variable controlada (C), que produce, por la acción del modo proporcional solamente, un cambio en la variable manipulada (m) de 100 %.



Sea un cambio  $\delta c$  que produce un cambio  $\delta m$

entonces: 
$$P.B. = \frac{\delta c}{\Delta C} \times 100 \cdot \frac{1}{\frac{\delta m}{\Delta m}} = \frac{1}{\frac{\delta m}{\delta c}} \times 100 \cdot \frac{\Delta m}{\Delta C} ; \text{ pero}$$

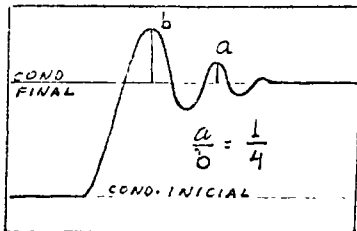
$$\frac{\delta m}{\delta c} = \frac{\text{salida del controlador (modo prop)}}{\text{entrada al controlador}} = \frac{m_p}{e} = K_c = \text{ganancia proporcional o sensibilidad.}$$

entonces 
$$P.B. = \frac{100}{K_c} \times \frac{\text{CAMBIO MAX. EN LA SALIDA } \Delta m}{\text{AMPLITUD DE LA ESCALA } \Delta C}$$

El "RESET" expresado en minutos por repetición (o su inversa), es el tiempo  $T_r$ , del coeficiente del modo integral, que transcurre para que el controlador duplique, por esta acción, la del modo proporcional.

"RATE" expresada en minutos, es el "tiempo derivativo" y es el lapso que transcurre para que la salida del modo proporcional, duplique a la del modo derivativo.

Un buen control en la mayoría de los casos se consigue con valores de  $K_c$ ,  $T_r$  y  $T_d$ , tales que la razón de decadencia de la curva de respuesta del sistema, cuando se introduce una perturbación sea de 1:4



RESPUESTA A UN CAMBIO EN REFERENCIA, POR EJEMPLO

Hay un número infinito de combinaciones capaces de dar una decadencia de 1:4 por lo que, hay que adoptar dos criterios más para definir los parámetros, cuando tenemos los tres modos de control.

- Desviación en equilibrio (off-set) mínima cuando no se usa el modo integral (RESET)
- Área de control mínima.

Los siguientes métodos nos dan ecuaciones o gráficas empíricas que nos permiten calcular  $K_c$ ,  $T_r$  y  $T_d$ , que usados para ajustar la posición de los botones de un controlador nos darán, un buen control en la mayoría de los procesos. La presentación de ellos va de menos a más exacto, lo mismo su complejidad y consideran el uso de un controlador ideal. Cuando el controlador no es ideal, es decir, hay interacción de  $T_r$  con  $K_c$  o  $T_d$ , o el modo proporcional tiene retardo en su respuesta muy grande, deben aplicarse las recomendaciones del fabricante. Del mismo modo cuando el proceso no responde adecuadamente o se desea afinar los ajustes, se recurre a procedimientos más complejos como los fundados en "la respuesta a la frecuencia" y los derivados de la experiencia de cada operador con un proceso en particular.

### 1er METODO

de Ziegler y Nichols (R.1)

- Deje únicamente el modo proporcional, poniendo  $T_r = \infty$  (Rep./min = 0) y  $T_d = 0$
- Ponga B.P. en un valor arbitrario y mueva un poco la referencia (set point) durante unos segundos.
- Si la curva de respuesta se amortigua, disminuya la B.P. y repita 2.
- Si la curva de respuesta oscila con amplitud creciente aumente la B.P. y repita 2.
- Cuando la curva de respuesta tenga una oscilación

estable, anote el período de la misma  $P_u$  y el valor de la banda proporcional que la sostiene. A este valor corresponde una ganancia o sensibilidad  $S_u$ .

En algunos procesos, un aumento en B.P. los hacemos inestables, siendo en realidad estables entre un valor mínimo y uno máximo, mismos en donde se inicia una oscilación estable. Cuando esto ocurra, anote y use el valor más alto de B.P., aunque es preferible usar otro método; pues este método dará resultados malos.

6.- Determinados  $P_u$  y  $S_u$  determine  $K_c$ ,  $T_r$  y  $T_d$  con las siguientes formulas.

modo prop. solam.  $K_c = 0.5 S_u$

modo prop. + reset  $K_c = 0.45 S_u$   
 $T_r = P_u / 1.2$

modo prop. + deriv.  $K_c = 0.6 S_u$   
 $T_d = P_u / 8$

los tres modos.  $K_c = 0.6 S_u$   
 $T_r = 0.5 P_u$   
 $T_d = P_u / 8$

## 2º METODO

Modificación de Harriot (R.2)

Para algunos procesos es prohibitivo sostener las oscilaciones, en cuyo caso proceda igual que en el primer método salvo que, se obtiene una curva con una decadencia 1:4 y se anota solo el período  $P$  de la respuesta, con este valor se calcula

$$T_r = P/6 \quad \text{y} \quad T_d = P/1.5$$

Usense estos valores para ajustar los botones correspondientes (que eran  $\infty$  y 0) y reajuste P.B hasta obtener de nuevo una decadencia de 1:4.

## 3er METODO

de Ziegler y Nichols.

En éste como en los siguientes métodos se usa la curva de reacción del proceso, a un cambio unitario en la variable manipulada, para lo cual, es necesario abrir la gaza (loop) del sistema, a la salida del controlador y conectar un registrador más sensible que el normalmente usado y de mayor velocidad del papel.

Proceda del siguiente modo:

- 1.- Deje que el proceso se estabilice
- 2.- Póngalo en "manual"
- 3.- De un incremento o decremento unitario al elemento de control final

4.- Registre la respuesta

5.- Regrese al valor anterior y ponga en automático.

### Precauciones (R.3)

- a) El incremento deberá ser de una magnitud muy pequeña pero suficiente para ser registrado e interpretado.
- b) El cambio debe efectuarse con la variable controlada, justamente abajo del punto de control y terminar justamente arriba.
- c) El cambio debe hacerse en ambas direcciones si se sospecha que el sistema no es lineal (o casi).
- ch) A ninguna variable se le permitirá alcanzar valores máximos o mínimos ni se le limitará en forma alguna durante la prueba.
- d) En ningún elemento del sistema se permitirá la existencia de zonas muertas apreciables, ni fricción o juego de consideración que produzcan histeresis.
- e) Todos los elementos que tengan un retraso en tiempo apreciable, deben quedar excluidos. Si el controlador tiene algún retraso, éste se pondrá solo en proporcional y la respuesta se registrará en su salida.

De esta manera obtenemos una curva de respuesta similar a la mostrada en la lámina 1, que ilustra un ejemplo con valores teóricos.

6.- Dibuje una recta tangente al punto de máxima pendiente. Hay que hacerlo con mucho cuidado.

7.- Determine la pendiente de esta recta y anótela como  $R_r$

8.- Determine  $L_r$ , la abscisa del punto de intersección de la recta dibujada con la línea de ordenada constante igual al valor original de la variable controlada.

Nota.- El cambio debe ser unitario; si no es posible,  $L_r$  permanecerá constante pero el valor de  $R_r$  se hará proporcional al cambio para obtener un valor semejante al obtenido con un cambio unitario en la variable manipulada. En el ejemplo, el cambio fue de 1 libra por pulgada cuadrada en la entrada de la válvula de control.

9.- Determine  $K$ , la ganancia del proceso como

$$K \equiv \frac{\text{INCREM. FINAL ESTABLE DE LA VARIABLE CONTROLADA}}{\text{INCREMENTO EN LA VARIABLE MANIPULADA}}$$

Nota.- Este valor no se usa en este método aunque si en los siguientes

8.- Determine  $K_c$ ,  $T_r$  y  $T_d$  con las siguientes formulas:

MODO  
PROPORCIONAL UNIC.  $K_c = \frac{1}{L_r R_r}$

PROP. + RESET  $K_c = \frac{0.9}{L_r R_r}$   
 $T_r = 3.33 L_r$

PROP. + RESET + DERIV.  $K_c = \frac{1.2}{R_r L_r}$   
 $T_r = 2.0 L_r$   
 $T_d = 0.5 L_r$

## 4º METODO

de Cohen y Coon (R 4).

Para incluir el fenómeno de autoregulación, estos autores introdujeron un índice de autoregulación.

Se procede como en el método anterior pero se calcula:

$$\mu = \frac{R_r L_r}{K} \equiv \text{índice de autoregulación}$$

y se calculan los parámetros con las fórmulas siguientes:

MODO  
PROPORCIONAL;  $K_c = \frac{1}{R_r L_r} \left(1 + \frac{\mu}{3}\right)$

PROP. + RESET  $\left\{ \begin{array}{l} K_c = \frac{0.9}{R_r L_r} \left(1 + \frac{\mu}{11}\right) \\ T_r = 3.33 L_r \left(\frac{1 + \mu/11}{1 + \frac{11\mu}{5}}\right) \end{array} \right.$

MODO  
PROP. + DERIV.  $\left\{ \begin{array}{l} K_c = \frac{1.2}{R_r L_r} \left(1 + \frac{\mu}{8}\right) \\ T_d = 0.27 L_r \left(\frac{1 - \mu/3}{1 + \mu/8}\right) \end{array} \right.$

LOS  
TRES MODOS  $\left\{ \begin{array}{l} K_c = \frac{1.35}{R_r L_r} \left(1 + \frac{\mu}{5}\right) \\ T_r = 2.5 L_r \left(\frac{1 + \mu/5}{1 + 3\mu/5}\right) \\ T_d = 0.37 L_r \left(\frac{1}{1 + \mu/5}\right) \end{array} \right.$

## 5º METODO.

En este método se ha supuesto que el proceso da una curva de reacción que se puede representar por un retraso de tiempo puro y un retraso de primer orden, es decir, se puede representar por la ecuación

$$\frac{\text{salida}}{\text{entrada}} = \frac{K_c e^{-\theta_0 s}}{\tau s + 1}$$

de modo que suponiendo un controlador ideal y conociendo  $K_c$ ,  $\theta_0$  y  $\tau$  es posible construir gráficas en base a grupos adimensionales, que cumplan con los criterios de un buen control.

De la curva de reacción del proceso podemos deducir

$$\theta_0 = L_r \quad \text{y} \quad \tau = \frac{K}{R_r} \quad \text{VER LAMINA 1}$$

Las gráficas se construyen en base a los siguientes grupos adimensionales

$$\frac{\theta_0}{\tau} ; K_c K ; \frac{K_c K \tau}{T_r} \quad \text{y} \quad \frac{K_c K T_d}{\tau}$$

Como el primer grupo es conocido por la curva de reacción del proceso, los demás se presentan como función de  $\theta_0/\tau$

Así, procediendo como en el tercer método, determinamos

luego calculamos  $K_c$ ,  $L_r$  y  $R_r$

y  $K_c T_r$  y  $T_d$  los determinamos de las gráficas # 2 a # 7

En el modo proporcional únicamente, la condición al construir la gráfica fue tener una razón de decaimiento de 1:4. Lo mismo para el modo reset únicamente o flotante.

En el modo Proporcional + derivativo, se usa además de una razón de 1:4 el criterio de un "off-set" mínimo, pues de lo contrario habría un número infinito de combinaciones de  $K_c$  y  $T_d$  que nos dieran una razón de 1:4. Con este fin se busca en la gráfica 4 el valor  $K_c K T_d$  que nos da un máximo valor de  $K_c K$ .

En el modo Proporcional + Reset no puede emplearse el último criterio, ya que no hay off-set debido a la acción de "RESET" luego el criterio será el tener una área mínima de control, lo que ocurre con el mínimo valor de  $T_r$ , y por lo tanto con el máximo de  $\frac{K_c K \tau}{T_r}$  la fig. 6 nos da  $K_c$  y  $T_r$  con estas condiciones.



Cuando los tres modos están presentes, aun hay un número infinito de soluciones que nos dan una decaencia de 1:4, y una area mínima bajo la curva de control; off-set<sup>o</sup> mínimo no lo podemos suponer por la presencia de RESET; así que por recomendación de Cohen y Coon se elige un valor de 0.5 para el grupo

$$\frac{K_c K T_d}{T} = 0.5$$

y se procede así:

- 1.- Con el anterior valor y la grafica 7, se calcula  $K_c$   $T_r$ , de modo que para para este valor de  $T_d$  el area de control será mínima
- 2.- Pruebe estos valores en el sistema
- 3.- Si la respuesta es lenta aumente  $T_d$  y recalcule  $T_r$  y  $K_c$
- 4.- Repita 2 y 3 hasta que no se obtengan ventajas
- 5.- Si la respuesta en 2 es inconveniente disminuya  $T_d$  y recalcule  $T_r$  y  $K_c$
- 6.- Repita 2 y 5 hasta obtener el punto optimo.

## REFERENCIAS

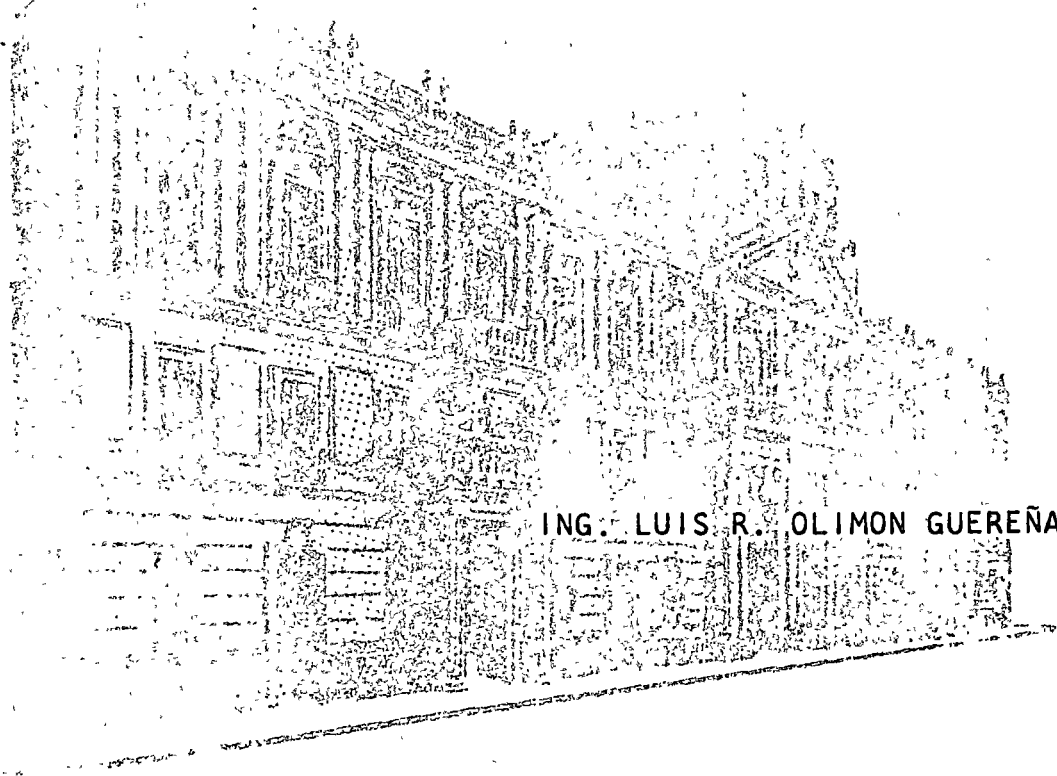
1. Ziegler, J. C., y N. B. Nichols, "Optimum Settings for Automatic Controllers", *Trans. ASME*, 64, pp. 759-765 (1942).
2. Harriot, P. "Process Control", *Mc Graw Hill Book Co, Inc., New York (1964)*
3. Eckman D.P., "Automatic Process Control", *John Wiley & Sons. Inc., New York*, pp. 115-116, (1958)
4. Cohen, G. H. y Coon, G. A. "Theoretical Considerations of Retarded control". *ASME Transactions*, Vol 75 p. 287 (1953)
5. PARA OTROS METODOS MAS ELABORADOS:  
Oldenburger, R. "Frequency Response", *The Macmillan Co. New York 1953*



centro de educación continua  
facultad de ingeniería unam



INSTRUMENTACIÓN Y CONTROL ELECTRONICO DE PLANTAS  
SIDERURGICAS



ING. LUIS R. OLIMON GUEREÑA

CELDA S  MAGNETICAS

I N D I C E

- 1.-       INTRODUCCION
- 2.-       GENERALIDADES
- 3.-       DESCRIPCION
- 4.-       CONCLUSIONES DE USO
- 5.-       CONDUCTIVIDAD
- 6.-       PRESION Y TEMPERATURA

Ing. Luis R. Olimón G.

## CELDAS MAGNETICAS

### 1.- INTRODUCCION

Cuando en un proceso industrial se desea medir un flujo líquido volumétricamente, ya sea este de condiciones turbulentas, pulsantes; que no afecten a la medición, los cambios de presión, de temperatura; la viscosidad y densidad y que el flujo sea indicado en una escala completamente lineal, fácilmente acoplable con otros instrumentos tales como: controladores integradores o inyección de datos a una computadora. Se utilizan los medidores de flujo electromagnéticos ó bien celdas magnéticas como se les conoce comúnmente.

Estas celdas magnéticas comparadas con los medidores de orificio son bastante más caros, por esta razón su principal aplicación es cuando las condiciones para medir el flujo son las descritas anteriormente.

- Estos problemas dificultan la medición, pero con las celdas pueden ser manejados con gran éxito - lo que no es posible con otros muchos medidores de flujo. Esto es debido a que las celdas magnéticas no tienen partes móviles o que se muevan y no tiene obstrucciones, así mismo la caída de presión a través de ella es igual y equivalente a la dimensión de la tubería donde se instale, este medidor puede "trabajar" satisfactoriamente casi en cualquier posición y con cualquier dirección de flujo, con algunas limitaciones.

### 2.- GENERALIDADES

La realidad es que este tipo de medidor de flujo está basado en un concepto de tiempo atrás (1839) cuando M. Faraday reporta el primer intento para medir un flujo fluido, aplicando su mismo principio de la inducción magnética, que consistió en un experimento desde el puente de Waterloo sobre el Rio Támesis, al introducir electrodos largos de metal dentro de las aguas del Rio, para tratar de medir el voltaje inducido producido por el agua que fluía a través del campo magnético de la tierra, - este experimento falló -pero no otros, ya que después un tal Smith, y otro Slepian, obtienen en 1915 una patente por algo que llamaron "SHIP'S LOG" o sea una especie de medidor tipo electromagnético; después otro llamado

CELIDAS MAGNETICAS

Medidor de corriente electromagnético para agua" y el "Espedómetro de efecto Faraday".

Sin embargo, las primeras aplicaciones formales fueron desarrolladas por los alemanes para medir el producto de bombeo de dragado de sus diques, por el año de 1950.-

Este instrumento se representa mas o menos en la fig. No. 1.

CELDA MAGNETICA

FIG 1

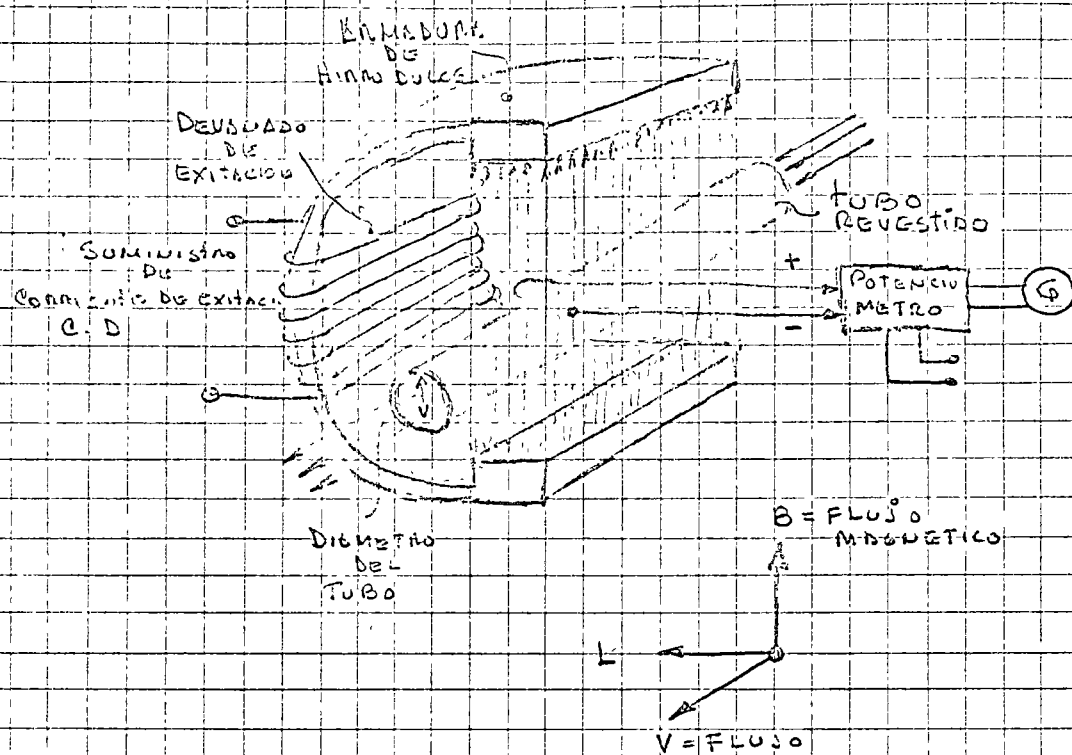
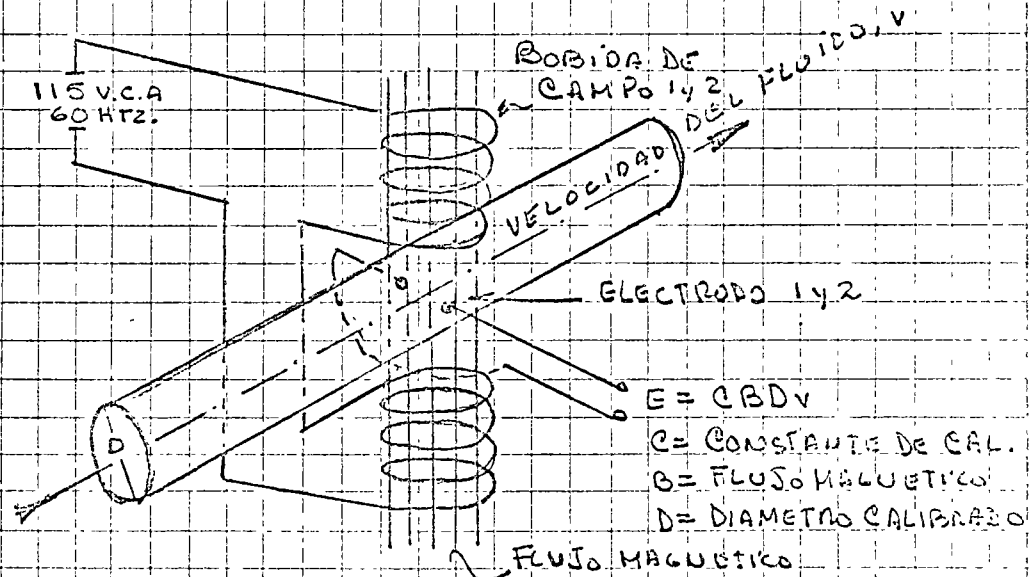


FIG 2



EL VOLTAGE E DE SALIDA ES FUNCION DIRECTA DEL CAMPO MAGNETICO B, EL DIAMETRO DEL CONDUCTOR D (ENTRE LOS ELECTRODOS) Y LA VELOCIDAD V DEL LIQUIDO CONDUCTIVO

LOG

CELDA MAGNETICA

3.- DESCRIPCION

Así pues, las modernas celdas magnéticas están basadas, realmente en las leyes de Faraday, aplicadas a la inducción electromagnética desarrollada por un conductor que se mueva a través de un campo magnético. Fig. 2

Esto es, una señal de corriente alterna de bajo nivel es generada por el movimiento de un flujo conductivo a través de un campo electromagnético. (Esta señal es amplificada; comparada y arreglada en un instrumento transmisor compatible).

La velocidad del flujo es directamente convertida a un voltaje de acuerdo con las leyes de la inducción electromagnética. Cuando un líquido con conductividad eléctrica pasa a través del tubo revestido o de material no magnético (usualmente acero inoxidable) llamado tubo medidor, que posee sus soportes físicos; el líquido que fluye actúa como un conductor en movimiento, cortando un determinado número de líneas de fuerza magnética del campo que establece un electroimán alimentado con corriente alterna para evitar los efectos de polarización, que puede tener sus bobinados en arreglo de serie o paralelo; creando un voltaje de corriente alterna preciso que es medible. Este voltaje es detectado por un par de electrodos que pueden estar hechos de diferentes materiales y deben estar aislados del tubo medidor para prevenir cortocircuito, colocados transversalmente al campo magnético que recogerán una señal eléctrica de corriente alterna, directamente proporcional al producto de la velocidad del flujo y de la corriente de excitación aplicada a los bobinados del electroimán. Esta señal lineal se amplifica, como se dijo antes, en un instrumento convertidor de flujo a corriente (F/I), que entregará su salida de acuerdo con las necesidades requeridas.

Ocho compañías de los Estados Unidos de Norteamérica, todas ellas representadas en México manufacturan celdas magnéticas y cuatro ó cinco hacen lo mismo en Europa; cada una de ellas ha desarrollado su propia ingeniería y aplicación dentro de los procesos industriales y los usos Bio-médicos.



CELIDAS MAGNETICAS

4.- CONCLUSIONES DE USO:

LODOS CON SOLIDOS  
EN SUSPENSION

Abrasivos y no abrasivos. Lodos de pulpa en fábricas de papel, lodos minerales en tierras ferrosas, F+P, ha desarrollado medidores para ser usados en lodos, con partículas de hierro magnético, con dos señales de salida que son relacionadas en una unidad receptora que proporciona una relación verdadera de flujo de lodos magnéticos permeables.

Lodos que contienen partículas abrasivas requieren como principal consideración limitaciones de velocidad lineal y de una distribución uniforme para obtener esas condiciones, el instrumento debe ser instalado en una posición vertical en la tubería para que el flujo venga de abajo hacia arriba y con una razonable distancia recta antes de su entrada al medidor, su velocidad debe ser entre 2 + 18 m/s, con un máximo de 30 m/s, ésta velocidad debe ser seleccionada de acuerdo con las propiedades de los sólidos en suspensión.

FLUIDOS DE  
DESPERDICIO

Con los desechos y otras corrientes de desperdicio de plantas industriales, se pueden tener problemas debido a los sólidos y grasas que pueden en ambos casos cubrir o dañar los electrodos, sin embargo, existen algunos caminos para evitarlo colocando al instrumento un "paso corto" y proveyendo a éste de una "T" para limpiarlo, bien con un dispositivo de limpieza para los electrodos ultrasónicos, medio cubriendo los electrodos o simplemente "calentando" los electrodos en algunos casos.

Para este uso el tamaño debe estar dentro de los 18 m/s, de velocidad y tal vez entre 30 + 90 m/s, de gama.

CELDA MAGNETICAS

LIQUIDOS CORROSIVOS Tales como las soluciones de lechadas en las plantas precipitadoras de cobre.

MATERIALES -  
VISCOSOS Molasas y soluciones poliméricas; Para los fluidos viscosos la celda magnética es de buena aplicación, pero, una vez más con los electrodos se puede tener problemas, y ocasionalmente el calor generado por las bobinas del devanado deterioran el fluido, y es necesario instalar éstas en disposición de serie para reducir el calor generado, y usar los dispositivos descritos anteriormente para la limpieza de los electrodos (la "T").

PRODUCTOS ACEPTICOS Leche y farmacéuticos; Por otra parte se han desarrollado pequeñas celdas para medir el flujo de la sangre por este método.

5.- CONDUCTIVIDAD

La conductividad en las celdas magnéticas es importante y debe considerarse en los fluidos a manejar, este dato lo proporcionan los fabricantes, pero, el mínimo usualmente varía entre 5 y 20  $\mu\text{MHOS/cm.}$  para los instrumentos normales, variando este con el tamaño del medidor de flujo, algunas marcas como normal pueden manejar 2  $\mu\text{MHOS/cm.}$  y medidores especiales y usando preamplificadores electrónicos especiales pueden medir fluidos con conductividad tan baja como 0.1  $\mu\text{MHOS/cm.}$

Así mismo las variaciones de la conductividad dentro de su gama de operación no afectan la exactitud de la medición. Los fluidos que no tengan la suficiente conductividad como algunos químicos orgánicos y los productos de refinerías no pueden ser medidos con celdas magnéticas.

Por lo tanto, los gases no pueden ser medidos, salvo si la medición se efectúa en dos fases de la corriente, esto es, si existe una dispersión homogénea del gas en un líquido conductivo.

6.-

CELDA MAGNETICAS

6.- PRESION Y TEMPERATURA

Cada revestimiento del tubo es para una presión y temperatura dadas de acuerdo con la cédula del tubo que disminuirá si la temperatura de operación aumenta. Los tamaños manejables de tubería, por ejemplo: de 4" revestido con teflón puede manejar 275 lb/pulg.<sup>2</sup> a 100°F., pero está limitado a 210 lb/pulg.<sup>2</sup> a 300°F.

INDICADORES DE NIVEL EN TOLVAS

I N D I C E

- 1.- SINOPSIS
- 2.- TOLVAS
- 3.- INTRODUCCION
- 4.- NIVEL
- 5.- METODOS
- 6.- MECANICOS
- 7.- ELECTRO/MECANICOS
- 8.- CAPACITIVO
- 9.- CONDUCTIVIDAD/RESISTIVO

Ing. Luis R. Olimón G.

## INDICADORES DE NIVEL EN TOLVAS

### 1.- SINOPSIS

La información que vamos a comentar esta basada en la experiencia obtenida sobre varios trabajos de instalación que se hicieron en otras tantas plantas, tales como: Fertilizantes, Minas de Calizas, de Materiales Ferrosos y Carbón.

Estas experiencias estan relacionadas sobre dos tipos de diseño de tolvas, su indicación de nivel y la operación de esos instrumentos — se describirán con algunos detalles.

Aproximadamente el 70% de esos dispositivos se pudieron considerar como exitosos, comparado el 40% de ellos en el año de 1970.

La información concluyó en que los indicadores de nivel instalados en tolvas del tipo "Flujo de Masa", fueron muy satisfactorios en sus funciones. En cambio en tolvas del tipo "Flujo Medular" los dispositivos satisfactorios fueron los del tipo mecánico, tales como: Pesos/Cuerda, Barras Resistivas y Celdas de Carga. De otros tipos no fue posible obtener resultados.

### 2.- TOLVAS

Las tolvas se fabrican para trabajar generalmente bajo el tipo "Flujo Medular", en donde el flujo de descarga está restringido solo a la región central de la tolva, en donde sus paredes frecuentemente tienen permanentemente masas muertas de material aglomeradas, especialmente si la materia prima es cohesiva. Estas masas muertas proporcionan indicaciones falsas con algunos tipos de indicadores de nivel — indicando que la tolva esta llena por ejemplo —.

En recientes trabajos de diseño de tolvas, alargando las paredes hacia arriba en su parte superior, se ha obtenido el tipo de tolva conocida como "Flujo de Masa", en donde todo el material almacenado entra en movimiento, la parte adyacente a las paredes fluye primero, bajando su nivel antes que la parte central.

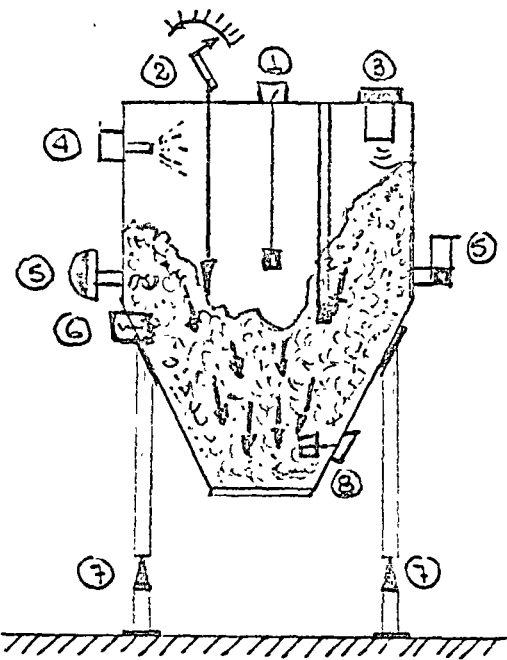


FIG. 1

Tolva " Flujo Medulas "

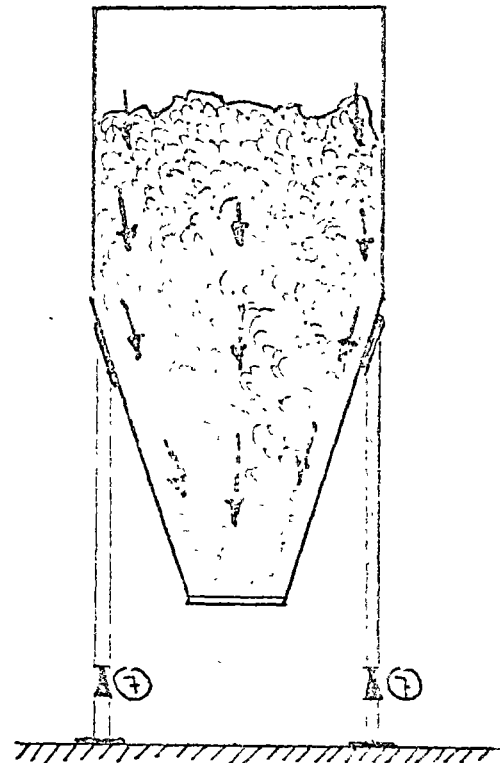


FIG. 2

Tolva " Flujo de Masa "

LOG.

INDICADORES DE NIVEL

1. Balanceo / Interruptor
2. Peso / Cuerca
3. Utrasónico
4. Foto Electrico
5. Radio Activo
6. Diafragma
7. Celdas de Carga
8. Paletas Rotatorias

## INDICADORES DE NIVEL EN TOLVAS

Así pues, no se trata de cambiar el tipo de diseño de las tolvas, ya que lo que nos ocupa es aplicar correctamente los instrumentos de medición a las tolvas para conocer su nivel, de acuerdo con el tipo de descarga que posea, ya que los dispositivos que pueden suministrar los fabricantes de instrumentos los tienen disponibles en gran variedad de tipos y gamas, según sea la necesidad.

### 3.- INTRODUCCION

La más importante misión de instalar y aplicar a un proceso determinado tolvas, es con el fin de almacenar materias primas para tenerlas disponibles en un momento dado, y para conocer la capacidad de flujo disponible, esto es, su capacidad, ya que está ligada a los requerimientos del proceso, se instalan instrumentos para conocer ó medir esa capacidad, por varios métodos:

### 4.- NIVEL

Se dispone de numerosos tipos de instrumentos para medir el nivel de materiales en las tolvas, muchos de esos están instalados en diferentes factorías en donde varía el grado de conformidad.

Con el fin de dar una guía para futuras selecciones de esos instrumentos y su aplicación, se hizo esta práctica, naturalmente que el continuo cambio de condiciones de trabajo hace que los reportes de esos instrumentos que operan satisfactoriamente, más adelante presentan fallas y viceversa, pero — se va teniendo experiencia sobre esto.

La lista de indicadores de nivel en tolvas incluídas, no son exhaustivas y están limitadas a esos instrumentos del presente o recientes, usados por varias empresas de proceso industrial.

En las Siderúrgicas, las tolvas se utilizan — para almacenar materias primas de primera mano, incluyendo; Material de hierro, sinter, carbón, coque, piedra caliza, pelets, y aditivos varios.

v

## INDICADORES DE NIVEL EN TOLVAS

### 5.- METODOS

Existen dos métodos para medir el nivel en las tolvas, de acuerdo con las necesidades:

- \* Medición de nivel continuamente.
- \* Medición de nivel con límites.

Con la medición continua, en cualquier momento se puede conocer el nivel que existe de material, en cambio con la medición de límites, solo se sabrá si la tolva esta cerca de su límite inferior o superior, y servirá para controlar el sistema de llenado arrancándolo ó parándolo, por ejemplo.

### 6.- MECANICOS

PESO/CUERDA. Este quizás sea el dispositivo más comúnmente conocido para medición continua de nivel; consiste básicamente de una cuerda de la que suspende por un lado, un determinado peso, el que baja y maneja una especie de polipasto compensado hasta el nivel en que se encuentra el material, cuando el nivel aumenta la tensión de la cuerda se reduce, generando una señal que registra la altura del material en la tolva. Las desventajas de este tipo de instrumento son las siguientes:

- \* El peso puede ser atrapado, especialmente durante la carga ó descarga de la tolva.
- \* Produce mucho movimiento lateral, especialmente en tolvas largas cuando está cerca de su descarga total.
- \* La cuerda tiene tendencia a atascarse en la polea del mecanismo, si ésta se ha cubierto con material cohesivo ó pegajoso.



## INDICADORES DE NIVEL EN TOLVAS

### 7.- ELECTRO/MECANICOS

PALETAS ROTATORIAS. Este tipo de instrumento se usa como límite y posición de nivel. Consiste de un motor eléctrico el cual mueve en rotación continua un juego de paletas con configuración de rueda, que al contacto con el nivel del material se para, enviando una señal. Sus desventajas son las siguientes:

- \* Las paletas puede ser que no estan colocadas correctamente para tener contacto con el material produciendo turbulencias, requiriendo blindajes de protección.
- \* Esta aplicación es usada en tolvas que contengan materiales de tamaños medianos, ya que otros pueden producir golpes a las paletas y el polvo fino se deposita en los baleros de la flecha.

### BALANCEO/ INTERRUPTOR

Estos dispositivos se usan para manejar materiales cohesivos, consisten de un arreglo de cadena, cuerda ó barra, que queda suspendida de la parte alta de la tolva, cuando esta libremente suspendida un dispositivo electro-mecánico está apagado, pero cuando descansa sobre el material, cierra el circuito causando una señal. Este tipo de indicador tiene como desventajas:

- \* Este puede ser atrapado por el material antes que balancee.
- \* Cuando ocurre la "Descarga" puede - que sufra desperfectos debido a las altas cargas verticales ha que está sujeto.

### 8.- CAPACITIVO

Este está compuesto de una o varias barras detectoras y electrónicamente sensan los cambios capacitivos eléctricos entre ella misma y las paredes de la tolva. El elemento sensible puede instalarse para proporcionar en ambos casos, como nivel límite o como medición de nivel continuo. Sus desventajas son:

### INDICADORES DE NIVEL EN TOLVAS

- \* Que el detector sea envuelto con material y/o las paredes de la tolva causando lecturas espurias.
- \* Que la capacidad (electrólito) del material es dependiente de la humedad que contenga y esto es una tendencia a que el circuito electrónico tenga inestabilidad y puede dañarse.
- \* La barra detectora esta sujeta a la abrasión que lo fatigarán y dañarán.

#### 9.- CONDUCTIVIDAD/RESISTIVO

Este tipo de indicador se usa para instalarlo como nivel límite, al igual que los instrumentos del tipo capacitivo consiste esencialmente de una barra detectora, que está parcialmente aislada y técnicamente forma parte de un circuito para medir conductividad entre el detector y las paredes de la tolva. En tolvas que no sean metálicas se debe usar un "Contra Electrodo" colocado sobre la pared de la tolva. La señal así, se producirá cuando el nivel del material - = debe ser conductivo - = pase el nivel y toque la terminal del electrodo, sus principales desventajas son:

- \* El electrodo - detector esta sujeto a abrasiones y fatigas mecánicas que lo dañarán.
- \* Ideal solo para materiales con conductividad eléctrica.

Ing. Luis R. Olimón G.

ACERACION I.

I N D I C E

- 1.- PLANTA DE ACERACION, B.O.F. FIG. 1.
- 2.- LANZA AUXILIAR
- 3.- SENSOR ANALITICO: FIG. 2
- 4.- OPERACION
- 5.- RESUMEN
- 6.- GRAFICA

Ing. Luis R. Olimón G.

ACERACION I.

1.- PLANTA DE ACERACION B.O.F., FIG. 1

El proceso de fabricación de acero por medio de oxígeno en hornos básicos consiste en la refinación del arrabio procedente del alto horno por medio de la inyección de oxígeno a presión y mediante la adición de agentes escorificantes para la eliminación de las impurezas contenidas en dicho arrabio. Debido a la gran cantidad de calor que se forma por la reacción del oxígeno con las impurezas, se hace necesario la adición de ciertos materiales refrigerantes.

La operación se lleva a cabo en un recipiente en forma de pera (convertidor) recubierto interiormente de ladrillo refractario y abierto por su parte superior en donde son cargados el arrabio, y la chatarra que actúa como refrigerante.

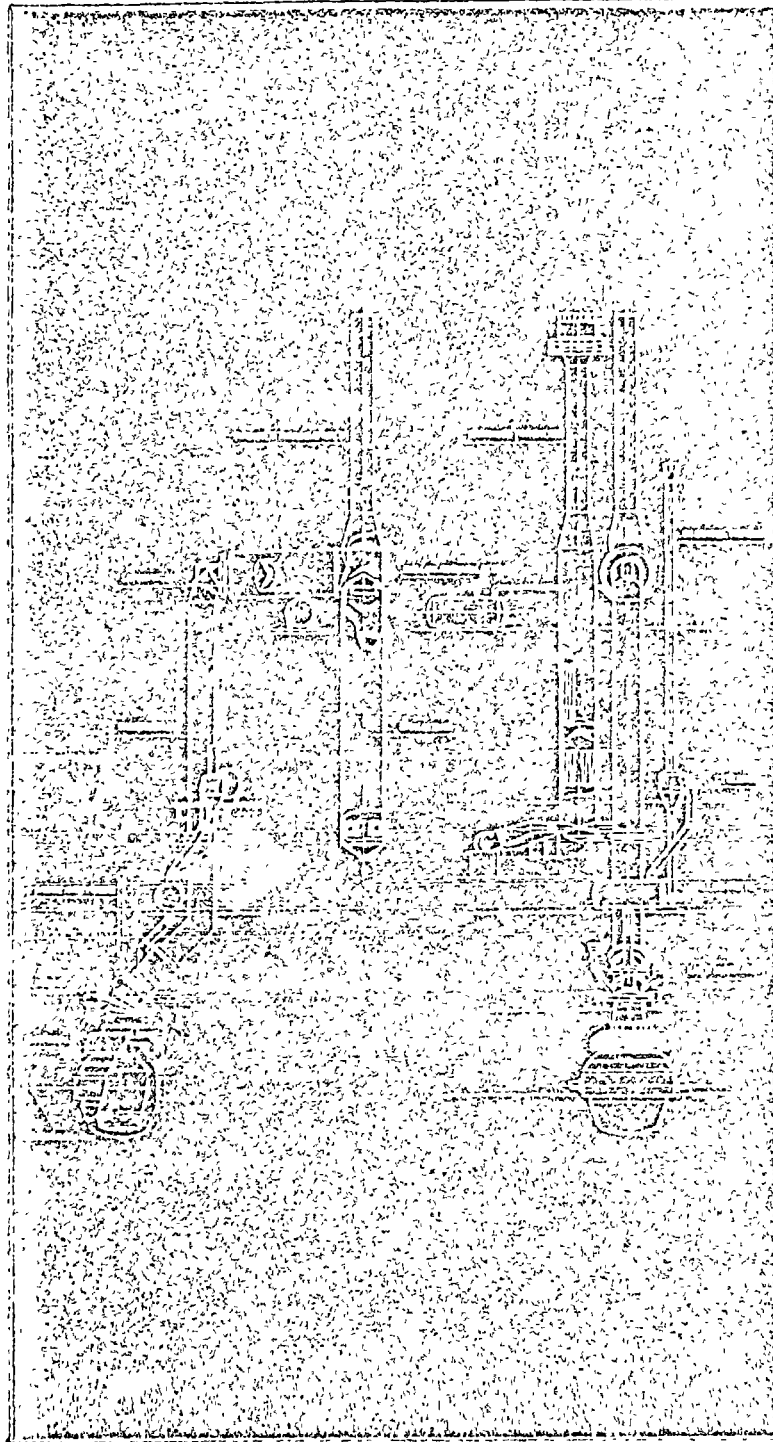
La inyección de oxígeno se lleva a cabo por medio de una lanza refrigerada con agua y los escorificantes como cal, fluorita y cal dolomítica, así como refrigerantes (pelets), se cargan directamente en el convertidor durante el proceso de soplado. Dichos materiales se encuentran en tolvas localizadas arriba en los convertidores.

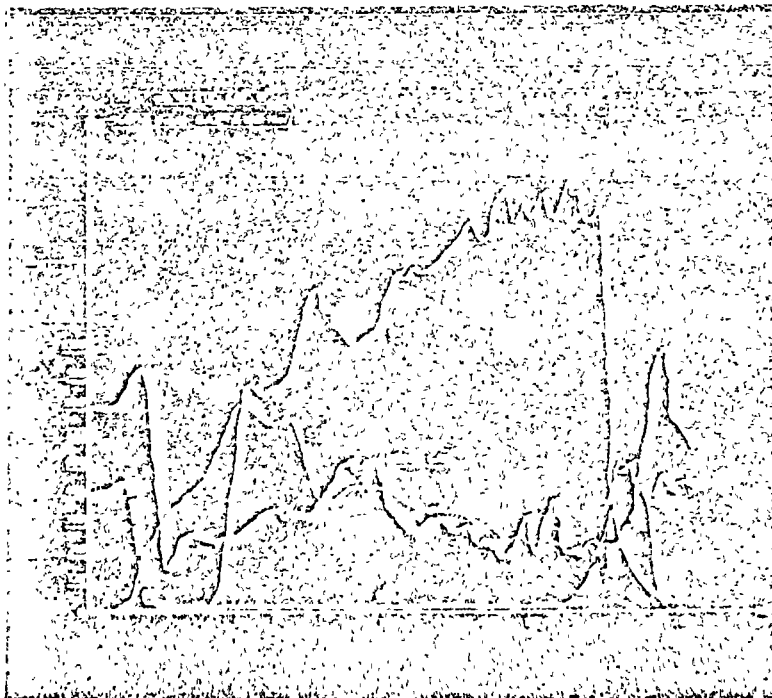
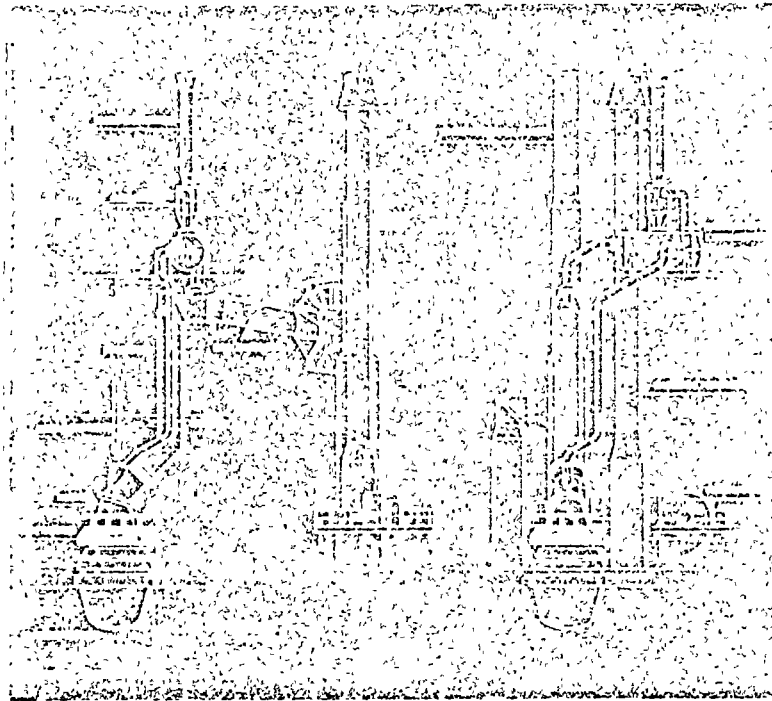
Durante el proceso de soplado tiene origen la formación de gran cantidad de humos los que contienen una gran cantidad de polvo para lo cual se hace necesario la depuración de los mismos, esto tiene lugar en una unidad especialmente diseñada para este fin. Los polvos recuperados en forma de lodos, contienen una gran cantidad de fierro, el cual es aprovechado como parte de la carga de la planta peletizadora.

El acero producido es enviado hacia la planta de colada continua, después de adicionársele los aleantes requeridos (Fe, Mn, Fe, Si, Al, C, etc.)

El control del proceso se efectuará con la ayuda de una computadora en la cual se lleva a cabo el cálculo de la carga así como de la cantidad de oxígeno requerido para el proceso y todos los aditivos necesarios para la preparación del acero especificado.

La nave de SICARTSA contará con 2 convertidores de capacidad nominal de 100 tons. pudiéndose obtener hasta 120 toneladas de acero por carga.





# CAPTAGE ET DEPOUSSIERAGE

SUR 2 CREUSETS LVP DE 240 TONNES

SACILOR

INSTALLATION DE



C.L.E. SIDERURGIE  
CONSTRUC-  
TION INDUSTRIELLE  
SIDERURGIE



## procédé IRSID.CAFL

Ces installations de captage et dépolluage des gaz de convertisseurs, construites par C.L.E. SIDERURGIE, se caractérisent par les principales options techniques suivantes :

Le captage est de type IRSID-CAFL sans combustion.

Les gaz sont refroidis dans une hotte amovible conçue en water-jacket avec vaporisation de l'eau à la pression atmosphérique, et ensuite dans une cheminée tubulaire de type à membrane avec vaporisation à des pressions comprises entre 10 et 20 bars.

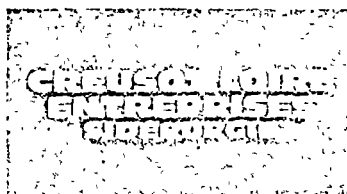
La mise en circulation de l'eau dans les tubes de la cheminée au début d'opération est assurée au moyen d'une injection de vapeur.

Les gaz sont dépollués dans un ensemble de plusieurs étages de multiventuris à faible dépression conçu et réalisé par PRAT DANIEL POELMAN.

La hotte amovible supportée par un chariot-transfert est, en fin de campagne du garnissage, déplacée et rangée dans sa position de garage ; elle laisse alors la place à la tour de garnissage pour la réparation de la maçonnerie du convertisseur.

Les gaz dépollués sont brûlés au sommet d'une torche.

SACILOR - 57 Metz



C.L.E. SIDERURGIE  
CONSTRUC-  
TION INDUSTRIELLE  
SIDERURGIE

## ACERACION 1.

El proceso completo tendrá una duración promedio anual por colada de 43 minutos, con un tiempo de ciclo mínimo de hasta 32 minutos para un promedio de 110 toneladas de acero.

La producción anual esperada es de 1.2 millones de toneladas.

### 2.- LANZA AUXILIAR

Para determinar la temperatura y el contenido de carbón dentro del convertidor, se utiliza una lanza que consiste esencialmente de un tubo de acero de 2 1/2" de diámetro, y concéntricamente rodeada por una chaqueta para enfriamiento con agua de 5" de diámetro, con el largo suficiente para ser introducido en el baño de arrabio, la cual está soportada por dispositivos especiales instalados en el área cercana a la chimenea de gases de deshecho y cuenta con una plataforma de servicio.

La lanza puede ser levantada o bajada en cuatro diferentes velocidades, el tiempo requerido para bajarla, tomar la medición y recogerla es de sólo 25 segundos. La energía para efectuar esa operación se obtiene de un motor de C.D. de 45 C.F., contando con sus sistemas de indicación de posición que transmiten señales a la consola de operación localizada en el cuarto de control. Debido a que esta lanza-sensora, opera independientemente de la lanza que sopla el oxígeno, su operación es de independencia, contando con un sistema de freno para prever su introducción dentro del convertidor.

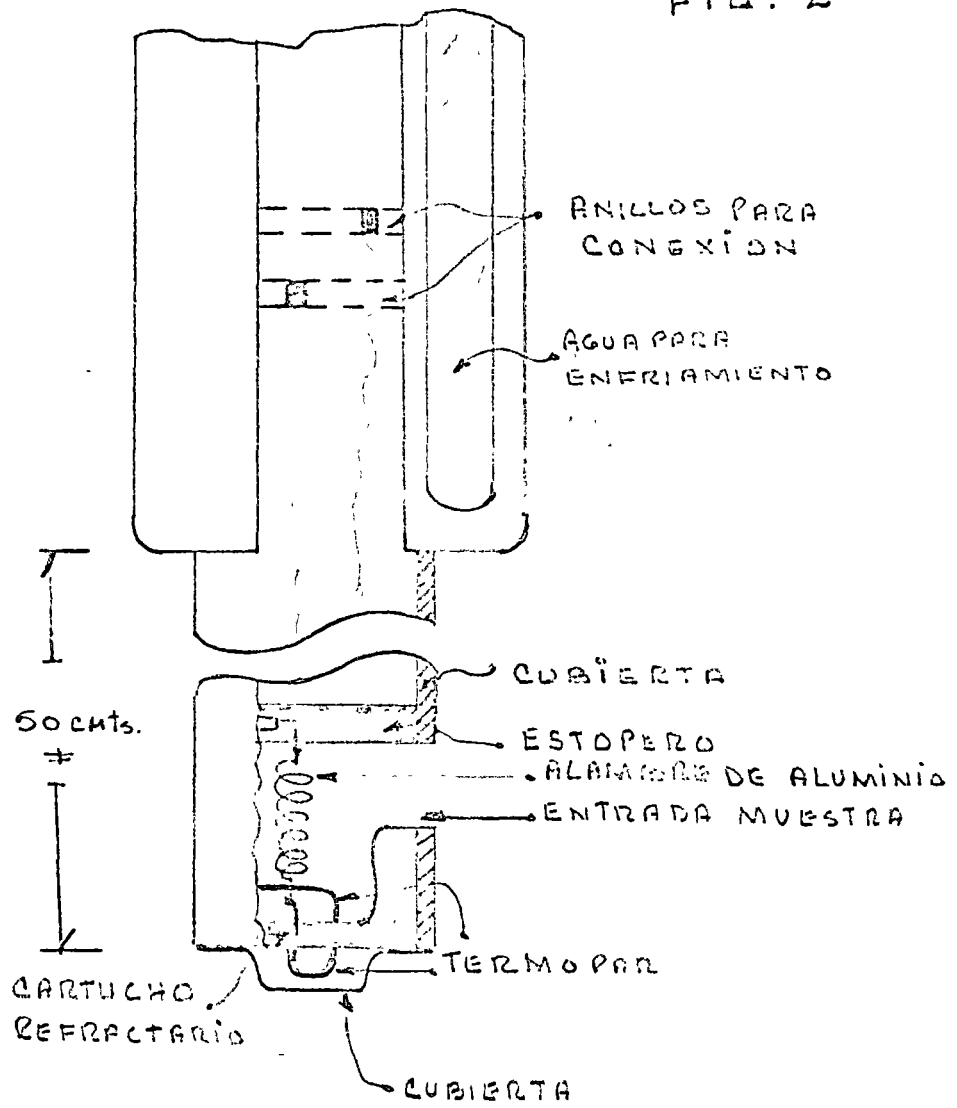
La lanza-sensora, es posible colocarla en una o dos posiciones de reserva, dependiendo de la lanza de oxígeno que use y el tiempo que se requiere para operarla desde su posición estática a la posición de "prueba" es de aproximadamente 15 segundos.

La posición de la lanza, la alimentación de los sensores y su control y medición se hace desde la consola correspondiente instalada en el cuarto principal de supervisión; un segundo juego de controles se encuentra instalado sobre la plataforma de servicio para las lanzas.





FIG. 2



LOG.

LANZA ANALÍTICA

ACERACION I

4.- OPERACION

Cuando el final de la lanza o mas bien su punta es sumergida en el baño de arrabio, el termopar toma contacto con el nivel y hace accionar el registrador y éste toma la medida de la temperatura, al bajar más la lanza-sensora, el agujero se llena con metal y este funde el alambre de aluminio, el termopar de la cámara tomará la temperatura del metal líquido con el enfriamiento al deoxidar el carbón contenido, siendo registrado en el instrumento y ése será el contenido de carbón cuando la interrupción termal ocurra.

El método para usar esta lanza-sensora ó auxiliar es el siguiente; soplar al 90% del oxígeno total que hasido calculado del modelo estático y necesario para esa colada. El oxígeno es después cerrado, la lanza es bajada y alineada y el oxígeno es nuevamente abierto. Llevándose a cabo la operación mencionada en el párrafo anterior. El contenido de carbón correspondiente al efecto térmico/temperatura es leído en la gráfica del instrumento correspondiente, se efectúan las correcciones residuales y luego es enviado este dato como temperatura del baño solamente a una computadora, para calcular el oxígeno requerido para completar el soplado. Cuando se ha logrado lo anterior el convertidor se ladea con el fin de tomar una muestra representativa, se toma la temperatura por el método de inmersión, y el análisis del metal por los caminos normales. Una vez que el análisis es realizado y los ajustes finales de carbón y temperaturas han sido hechos, estos datos se complementan referidos a esa colada, y - son almacenados en las memorias de la computadora.

5.- RESUMEN

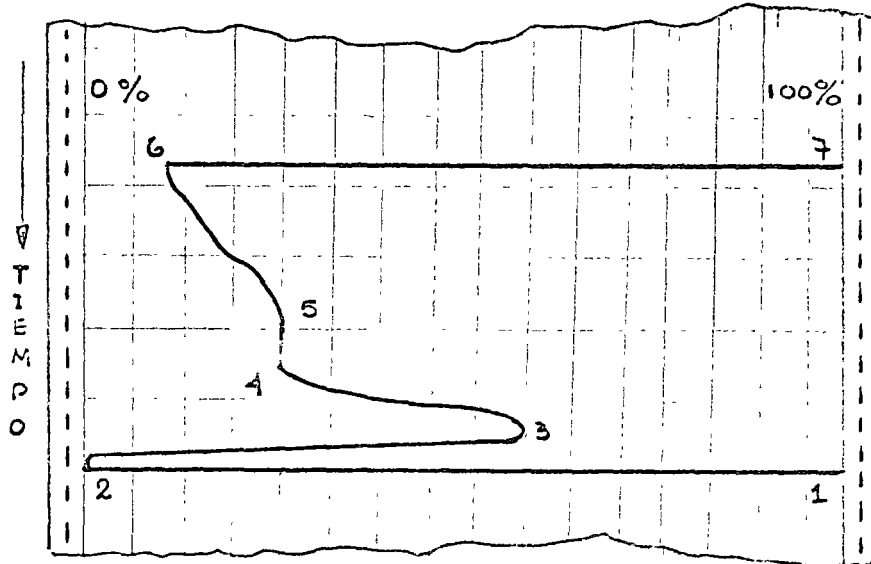
Los mejores dispositivos son los que se desarrollan en los laboratorios de investigación y cada manufacturero que proporcionan los sensores analíticos, dicen que tienen mucho interés en los resultados del uso de estas lanzas auxiliares y estan ansiosos en suministrar estos dispositivos. La comparativa de los resultados obtenidos por: VÖEST, BETHLEHEM, LACKAWANA, LIN., HONEYWELL y otros, claman por otros métodos para determinar el carbón y la temperatura en el baño de arrabio, contenido en los convertidores tipo L-D; ya que la desviación promedio normal actualmente es de 12, 8°C, con un error promedio normal del 3.2%, de contenido de carbón,

ACERACION 1

Expresando esto de otra manera representa el 73% de la cólada desarrollada, entre los 1590 y 1620°C. El costo de estas lanzas fluctua entre 450,000- y 750,000- pesos cada una, y los sensores analíticos son relativamente baratos.

6.- GRAFICA

Lectura directa, la gráfica registra la temperatura del metal líquido como la sección vertical y el carbón equivalente puede ser leído directamente en la escala:



- 1.- El sensor es introducido al soporte en la lanza, la pluma se mueve de arriba hacia abajo de la escala indicando que el circuito eléctrico es completo.
- 2.- Toca el arrabio (automáticamente el motor de la gráfica empieza a caminar) toma la temperatura y sube la plumilla, se llena la cámara de metal.
- 3.- La temperatura obtenida dentro de la cámara indica que la muestra fue tomada, el registro bajará y representa el cambio térmico en el interior de la cámara (se funde el aluminio y reacciona).
- 4.- El % de carbón equivalente es la sección vertical.
- 5.- El sistema continúa registrando los cambios de enfriamiento
- 6.- El cartucho sensor es expelido de su soporte.
- 7.- La pluma retorna a la parte alta de la gráfica y se para automáticamente el motor.

ACERACION 2a. PARTE

I N D I C E

- 1.- GENERALIDADES
- 2.- COLADA CONTINUA
- 3.- NIVEL DEL MOLDE

Ing. Luis R. Olimón.

## ACERACION 2a. PARTE

### 1.- GENERALIDADES

Moldear el acero que se ha producido en un horno de oxígeno básico, horno abierto o eléctrico, es otra parte del proceso para obtener acero en lingotes ó para procesarlo atra yéz de una colada continua, antes de ser conformado o rolado para darle su refinado final.

Las anteriores aplicaciones son ampliamente usadas y representan muy buena probabilidad para usar los sistemas nucleares para medir y controlar los procesos del acero.

### 2.- COLADA CONTINUA

La colada del acero sobre bases continuas es usada para obtener producción de bloques, barras, varillas y perfiles. El control automático de este proceso representa algunas dificultades debido a las altas temperaturas necesarias para moldear el acero, fig. 1.

### 3.- NIVEL DEL MOLDE

Los puntos de medición envuelven varias variables, pero es de importancia la medición del nivel en el molde, ya que se le debe combinar, aplicar y proporcionar un enfriamiento uniforme con el fin de preveer las interrupciones del flujo de acero a los siguientes pasos del proceso.

Para lograr lo anterior; dos métodos básicos son usados para controlar el nivel de acero en el molde:

- \* Uno es regulando la velocidad del acero a la salida de las zonas N<sup>o</sup> 3 de enfriamiento.
- \* La otra es regulando la alimentación del acero del "Tundish" a la corriente del proceso.

Estas técnicas son referidas una como, "Control de Velocidad de Salida", siendo este el método original que usa desde que el proceso de colada continua fue incluido en la producción de aceros (en 1959). El otro método es de reciente introducción, y con él se ha logrado que el refractario que cubre el molde tenga una duración de uso mayor; a este método se le conoce como "Control del Dispositivo de Alimentación", Fig. 2.

Cualquiera de los dos métodos que se usen, puede obtenerse resultados satisfactorios, aplicando a la medición de nivel del molde sistemas radioactivos o nucleares. En el mercado existen varias firmas que los tienen disponibles, para este uso específico ya que cuentan con chaquetas de enfriamiento a base de agua y pueden ser instalados en zonas de temperatura alta.

Para medir continuamente el nivel del molde se utilizan sistemas operados con el principio de una radiación nuclear, el que emite sus rayos atravesando paredes del molde y son absorbidos por el acero que se interpone entre la cabeza medidora y el detector, estos se cuentan montados en el exterior del molde.

La cantidad de radiación recibida por el detector depende de los cambios en el nivel. El resultado es una señal eléctrica que es amplificada y arreglada para mantener el nivel deseado del proceso; estas lecturas no son afectadas por la presión, la temperatura o densidad, cada sistema consiste de una unidad/cabeza de suministro, cargada con 100 mCi de cobalto - 60, una unidad detectora que sensa la radiación gama enviando una señal al amplificador electrónico de estado sólido y de ahí enviado como dato de nivel, que puede ser indicada, registrada y/o controlada.

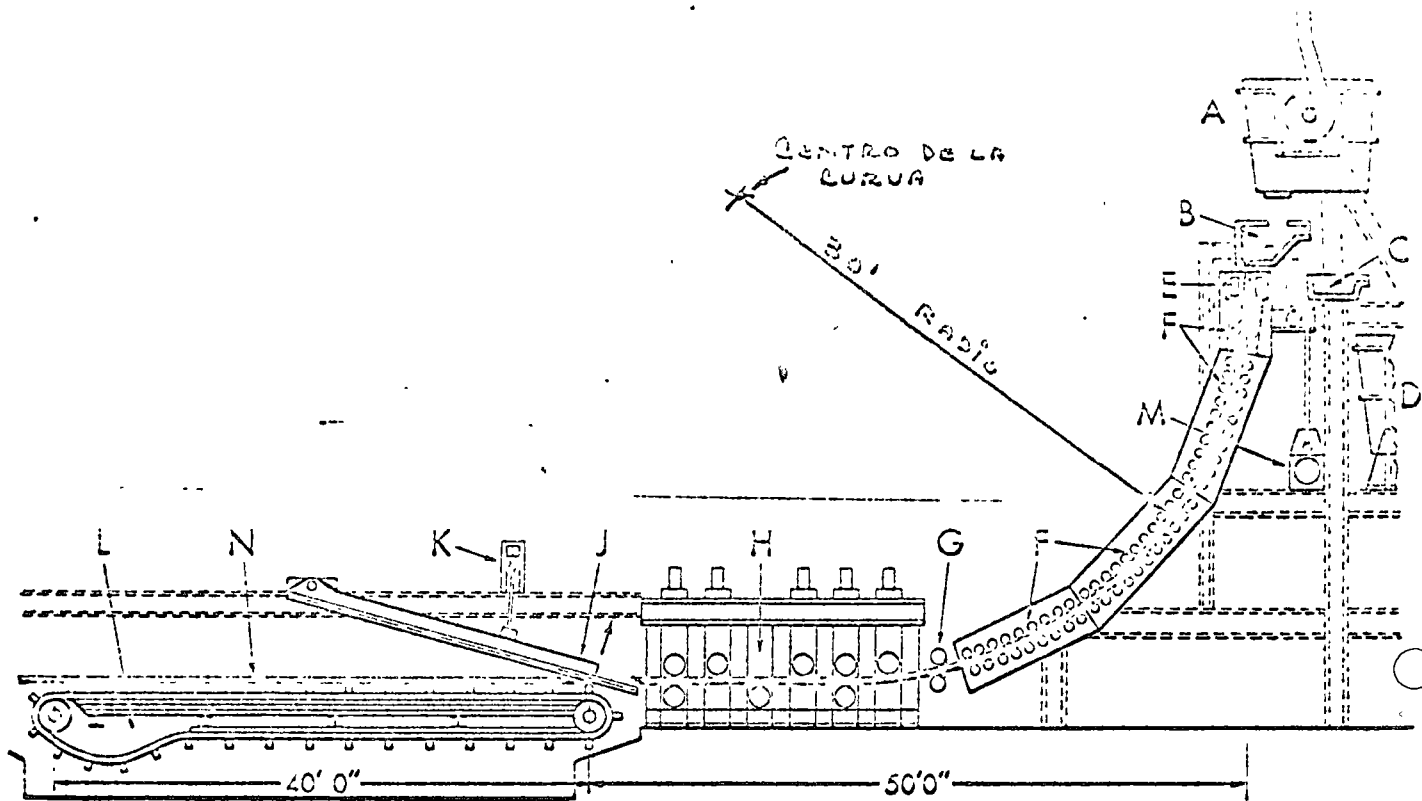


DIAGRAMA DE UN SISTEMA BASICO DE COLADA CONTINUA CON MOLDEO CURVO

- A.- Olla
- B.- Distribuidor
- C.- Recipiente
- D.- Olla de volteo
- E.- Molde
- F.- Sección secundaria de enfriamiento
- G.- Rodillos con agua a presión
- H.- Barra "fantasma"
- K.- Mecanismo de elevación
- L.- Cortadora
- M.- Mecanismo de Oscilación
- N.- Meza de terminación





centro de educación continua  
facultad de ingeniería, unam

INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO DE PLANTAS  
SÍDERURGICAS

GRAFICAS PARA AJUSTE DE CONTROLADORES

ING. ERNESTO HERRERA

CURVA DE REACCION DE UN PROCESO

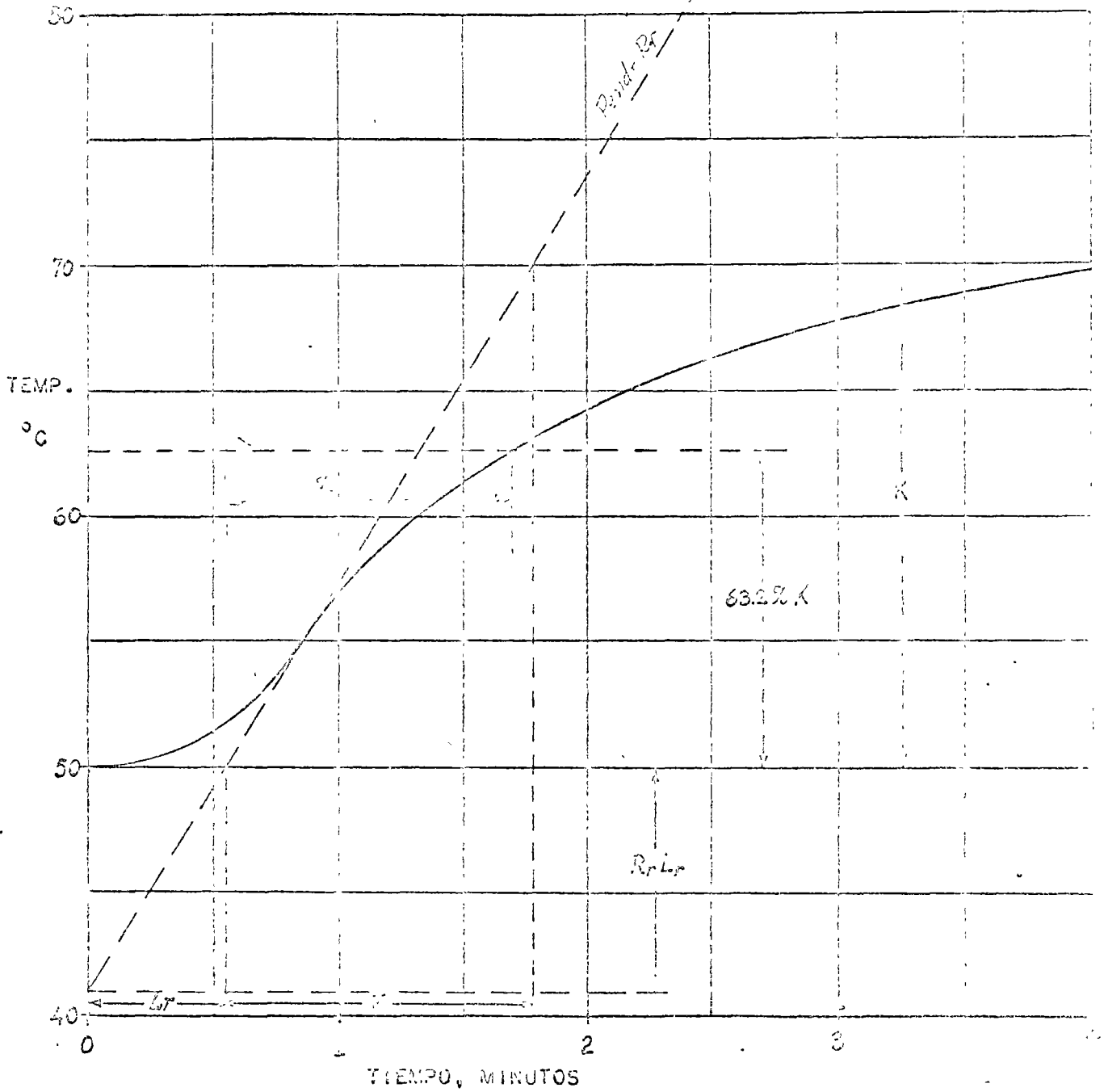


FIG. 1

$R_p = 1.635 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$

$L_p = 0.55 \text{ min}$

$\Delta = 20 \text{ } ^\circ\text{C} / \text{ps.}$

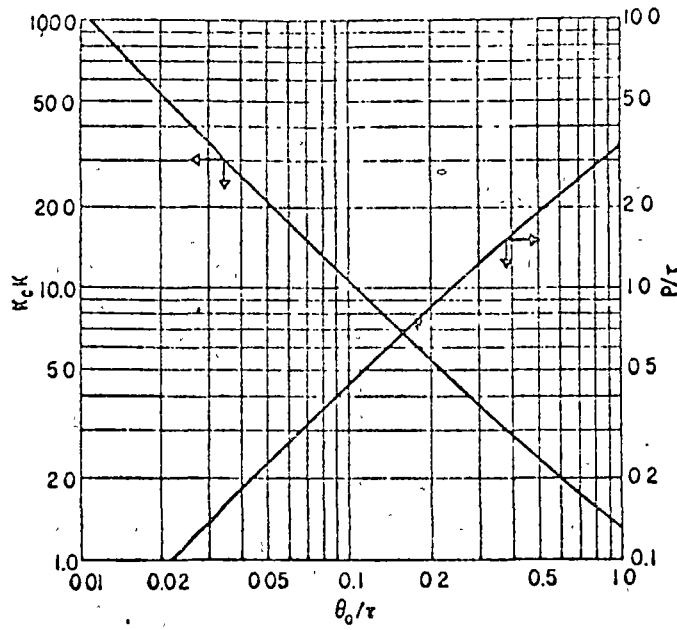
$\bar{r}_{0.55} = 1.15 \text{ mm}$

$\bar{r} = \frac{\bar{r}_{0.55}}{L_p} = 1.225 \text{ mm} \left\{ \begin{array}{l} \varepsilon = 73\% \\ \text{vol. } 15\% \end{array} \right.$

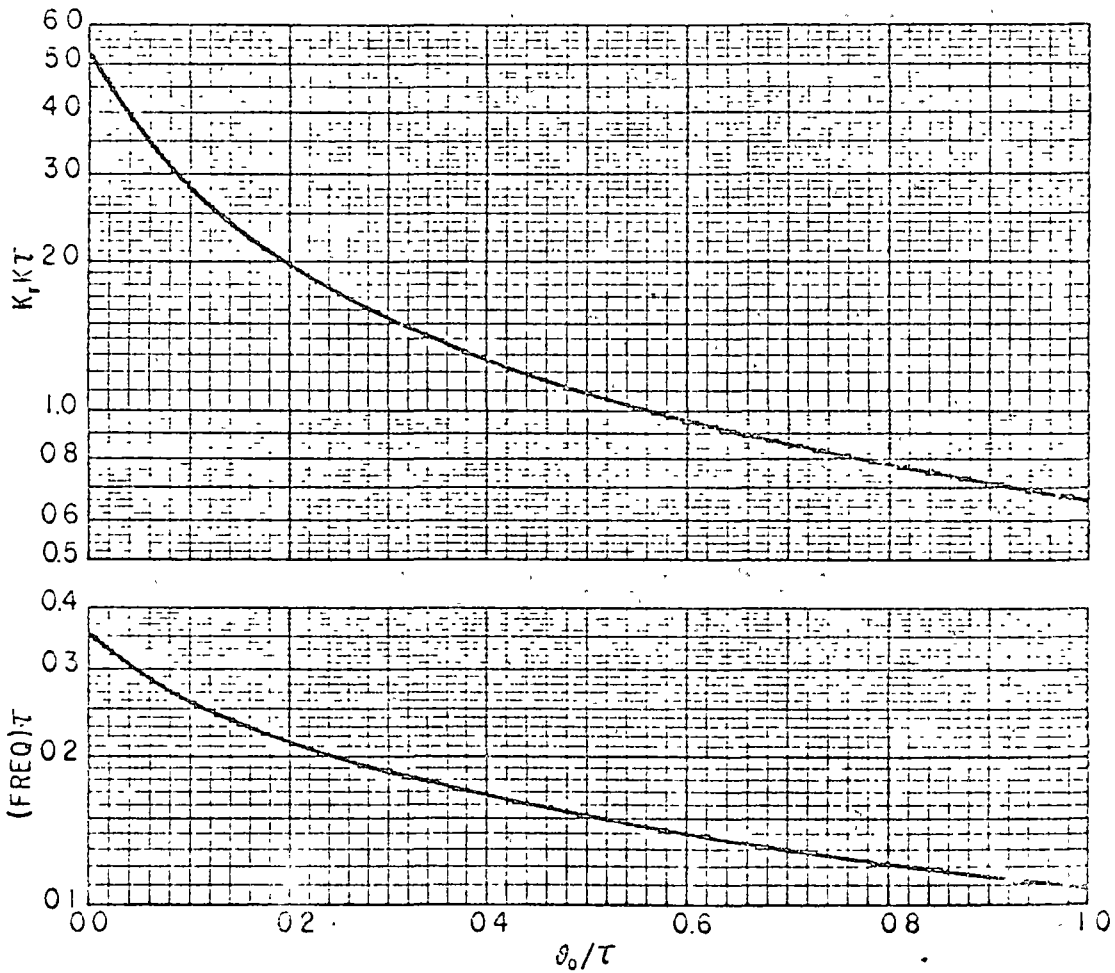
$\bar{r} = \frac{\bar{r}_{0.55}}{L_p}$

$L_p \cdot R_p = 0.9 \text{ } ^\circ\text{C} / \text{ps.}$

$\mu = \text{razón de claro} = \text{u. dice de a ...}$   
 $\mu = \frac{L_p \cdot R_p}{K} = \frac{L_p}{T} = \frac{0.55}{20} = 0.0275$

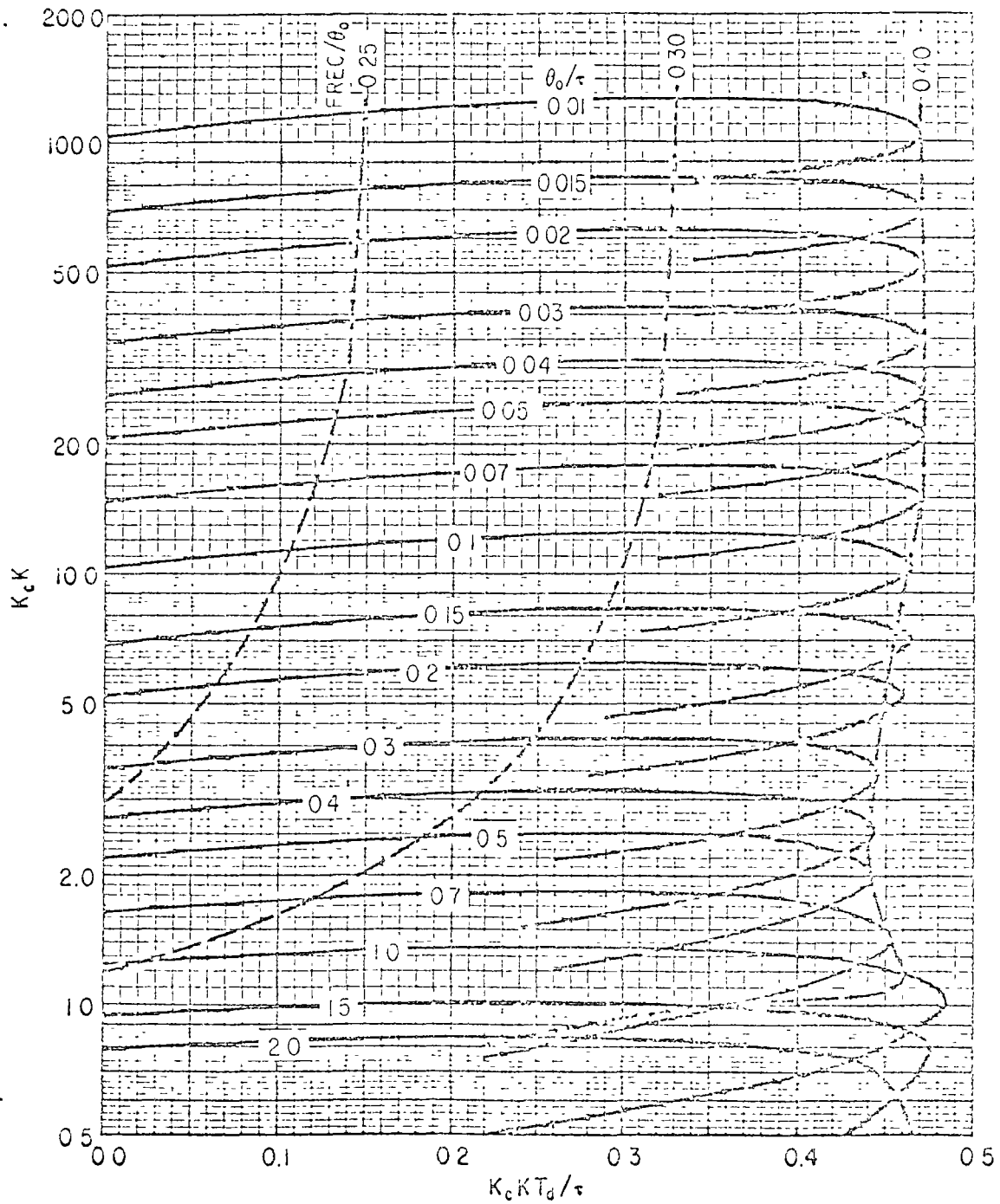


CONTROL PROPORCIONAL



CONTROL INTEGRAL FLOTANTE

FIGS. 2 Y 3



CONTROL PROPORCIONAL MAS DERIVATIVO

FIG. 4

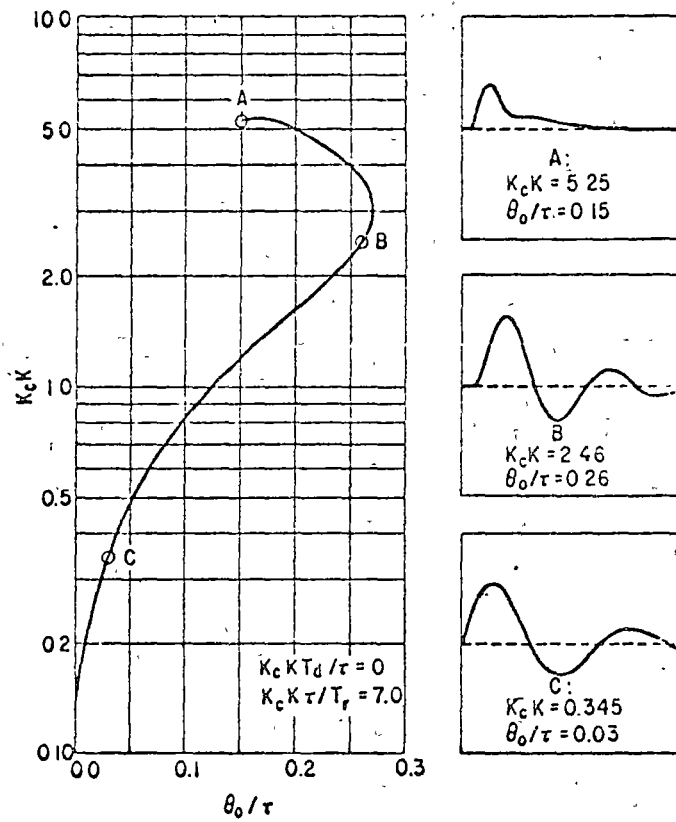
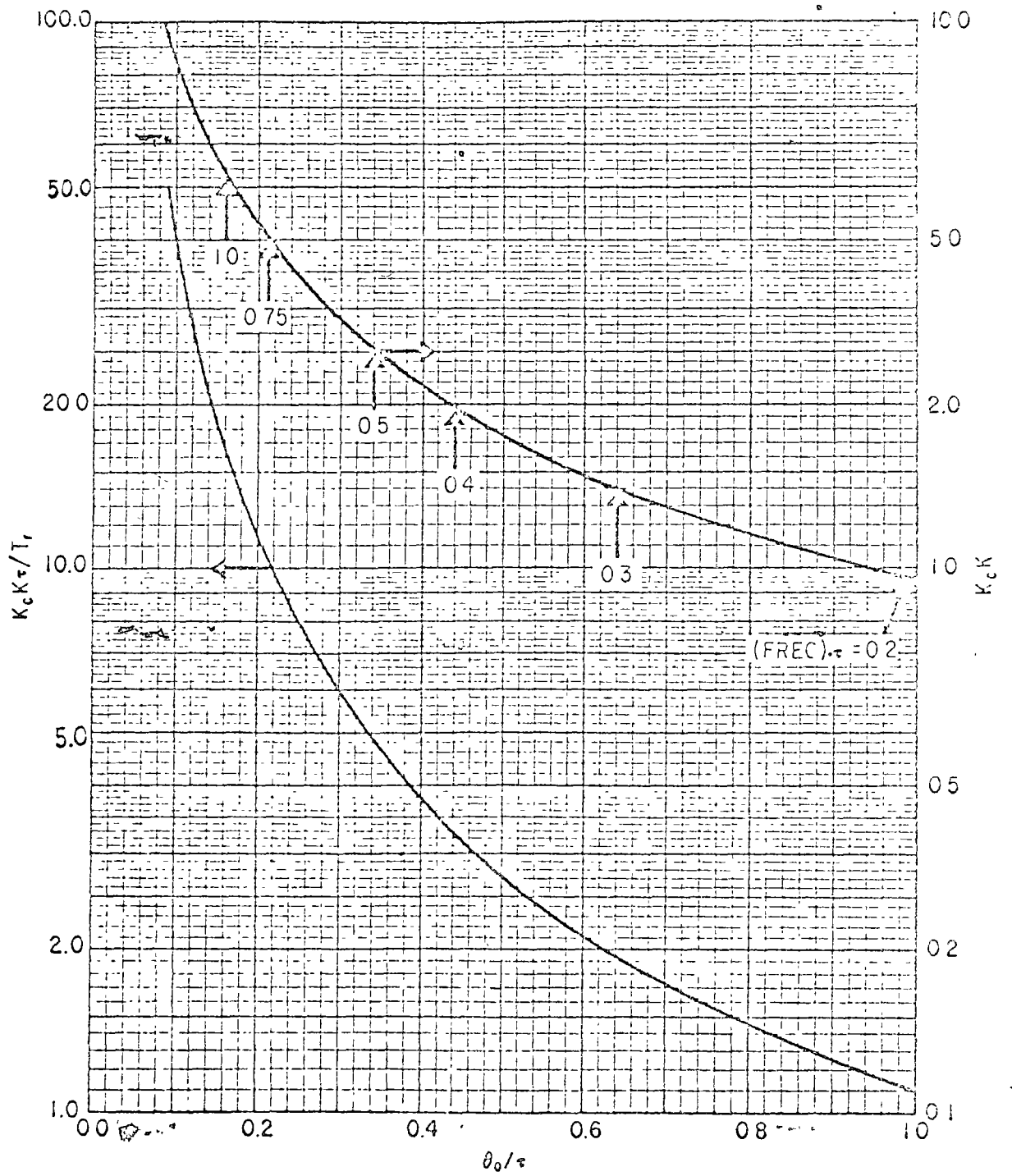
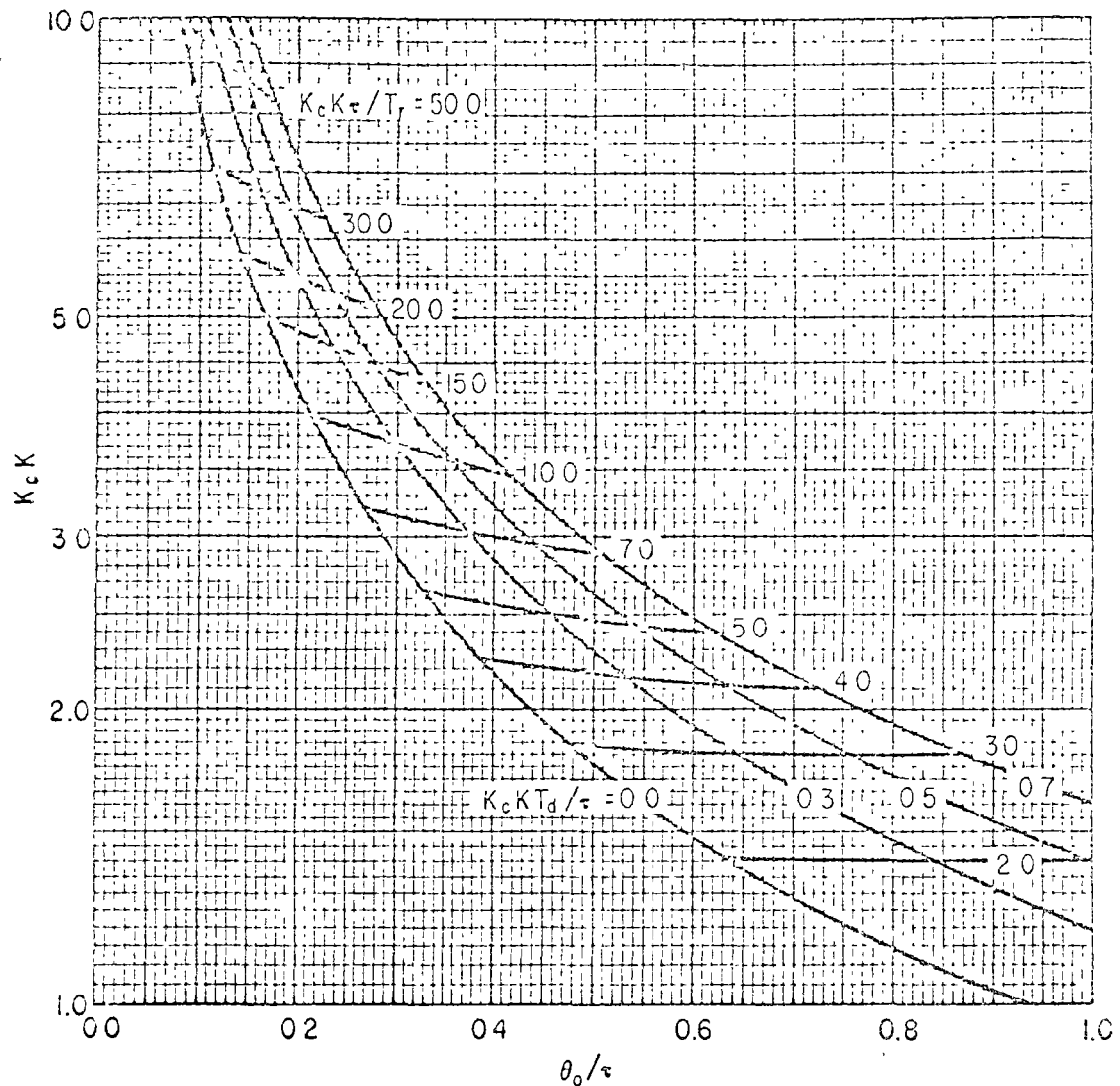


FIG. 5



CONTROL PROPORCIONAL CON REAJUSTE

FIG. 6



CONTROL PROPORCIONAL CON REAJUSTE  
Y ACCION DERIVATIVA

FIG. 7

$C, c$	Variable controlada
$E, e$	Señal de error
$G, g$	Perturbación
$K$	Ganancia de proceso
$K_c$	Ganancia proporcional de un controlador
$K_r$	Ganancia de un controlador flotante asociada con restauración
$L_r$	Tiempo muerto con circuito abierto
$m_d$	Salida del controlador para acción derivativa
$m_p$	Salida del controlador para modo proporcional
$m_r$	Salida del controlador para modo por restauración
$P$	Período
$P_u$	Período último
$p$	Operador diferencial, $d/dt$
$R_r$	Tasa de reacción en circuito abierto
$R, r$	Punto de control
$S_u$	Sensibilidad última
$T_d$	Tiempo derivativo
$T_r$	Tiempo integral
$T$	Tiempo
$\varepsilon$	Base exponencial
$\varepsilon_c$	Tiempo muerto
$\mu$	Índice de auto regulación
$\tau$	Constante de tiempo



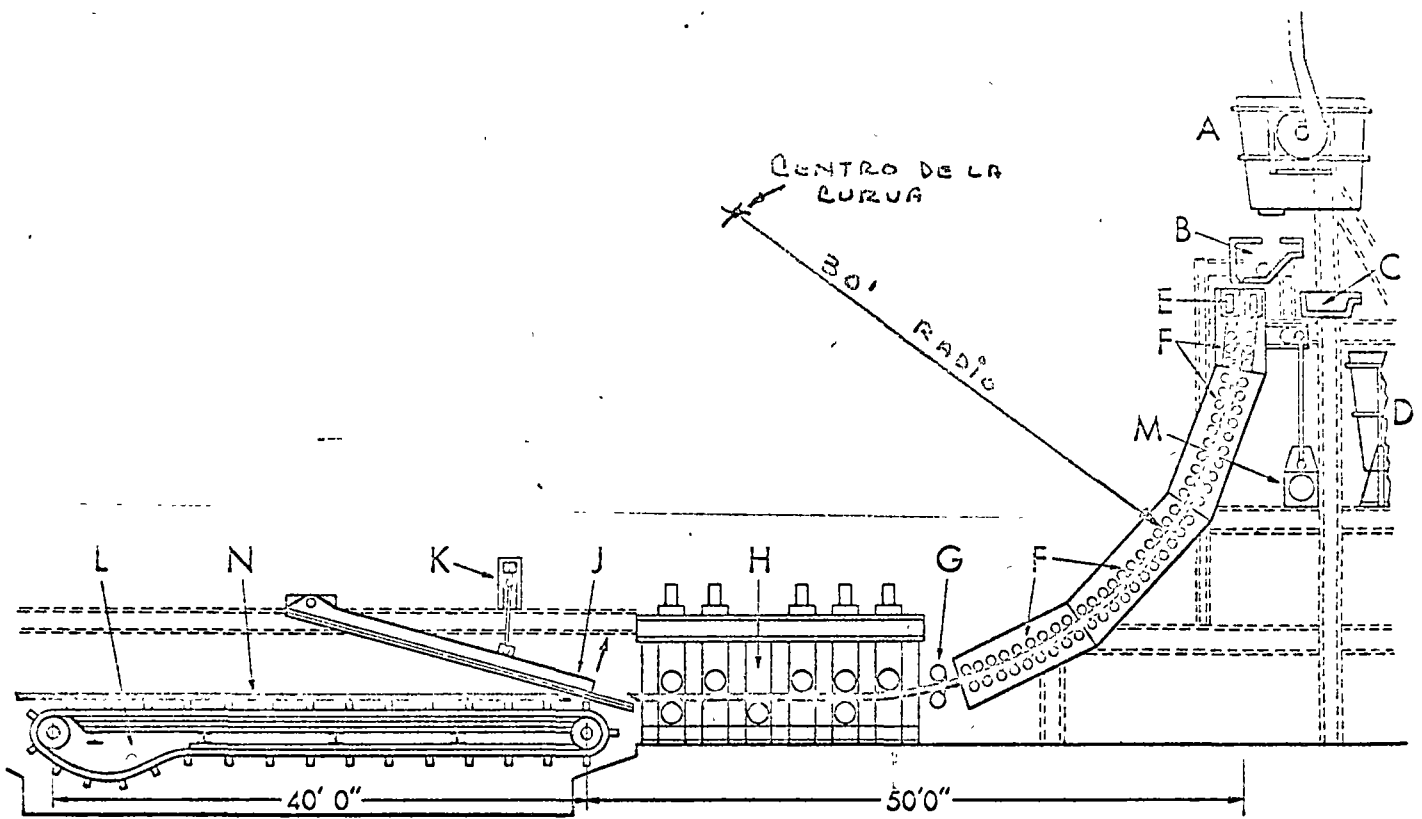


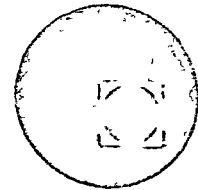
DIAGRAMA DE UN SISTEMA BASICO DE COLADA CONTINUA CON MOLDEO CURVO

- A.- Olla
- B.- Distribuidor
- C.- Recipiente
- D.- Olla de volteo
- E.- Molde
- F.- Sección secundaria de enfriamiento
- G.- Rodillos con agua a presión
- H.- Barra "fantasma"
- K.- Mecanismo de elevación
- L.- Cortadora
- M.- Mecanismo de Oscilación
- N.- Mesa de terminación





centro de educación continua  
facultad de ingeniería, unam



PROFESORES DEL CURSO DE INSTRUMENTACION Y CONTROL  
ELECTRONICO DE PLANTAS SIDERURGICAS.  
(DEL 25 DE NOVIEMBRE AL 13 DE DICIEMBRE DE 1974.)

---

ING. ERNESTO HERRERA MEDINA  
JEFE C. DE INGENIEROS  
PETROLEOS MEXICANOS  
MARINA NACIONAL # 329  
EDIFICIO 1810-D 11o. PISO  
MEXICO 17, D.F.

---

ING. MANUEL SANCHEZ RUBIO  
JEFE DE LA DIVISION DE PRODUCTOS  
QUIMICOS Y ADITIVOS  
INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO  
AVE. 100 METROS # 152  
MEXICO 14, D.F.

---

ING. SERGIO TRAPOTE ALVAREZ  
JEFE DEL DEPTO. DE ATUOMOTIZACION  
Y CONTROL  
SICARTSA

---

ING. LUIS R. OLIMON GUEREÑA  
JEFE DEPTO. DE INSTRUMENTACION  
SIDERURGICA LAZARO CARDENAS  
LAS TRUCHAS, S.A.  
SONORA # 149-2o. PISO  
MEXICO 7, D.F.

---

ING. DANIEL CURIEL VILLASEÑOR  
SECCION INSTRUMENTACION INDUSTRIAL  
HONEYWEL, S.A.  
CONSTITUYENTES # 900  
MEXICO 10, D.F.

---

ING. JORGE GUERRERO TELLO  
DIRECTOR DE VENTAS LEEDS AND NORTHRUP  
MEXICANA, S.A.  
BOULEVARD AVILA CAMACHO # 225  
NAUCALPAN EDO. DE MEXICO.

---



DIRECTORIO DE ASISTENTES AL CURSO DE INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO DE PLANTAS SIDERURGICAS ( DEL 25 DE NOVIEMBRE AL 13 DE DICIEMBRE DE 1974 )

NOMBRE Y DIRECCION

EMPRESA Y DIRECCION

1. ING. CARLOS ALANIS QUIROZ  
Norte 82-B No. 5627  
Col. G. Sánchez  
México, D. F.  
Tel: 5-51-04-63
2. ING. ALFREDO AYALA RUIZ  
Dr. Carmona y Valle  
Edif. B-12-2 Depto. 101  
México 7, D. F.
3. ING. JULIO E. CASTRO LLURIA  
Bosque del Pocito No. 8  
La Herradura  
México 10, D. F.  
Tel: 5-89-08-65
4. SR. ANDRES COPCA NAVA  
Calle 26 No. 79  
Col. Olivar del Conde  
México 19, D. F.
5. ING. ROQUE R. FONTANOT  
Guadalupe No. 65  
México 20, D. F.  
Tel: 5-48-05-71
6. ING. JESUS A. GUINEA TRIGO  
Aldama 136  
México 21, D. F.  
Tel: 5-24-85-97
7. ING. GUSTAVO GUTIERREZ ARRIOLA  
Agricultura 11-B  
Col. Escandón  
México 18, D. F.  
Tel: 5-16-64-40

SIDERURGICA LAZARO CARDENAS " LAS TRUCHAS, S. A.  
Yucatán No. 15  
Col. Roma  
México 7, D. F.  
Tel: 5-33-16-40 Ext. 157

SIDERURGICA LAZARO CARDENAS " LAS TRUCHAS, S.A.  
Yucatán No. 15  
México 7, D. F.  
Tel: 5-33-16-40

INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO  
Ave. de los 100 Mts. No. 152  
México, D. F.  
Tel: 5-67-66-00 Ext. 133

ACEROS ECATEPEC, S. A.  
Carretera México-Laredo Km. 19.5  
Tulpetlac Edo. de México  
Tel: 5-69-32-00 Ext. 137

SIDERURGICA LAZARO CARDENAS " LAS TRUCHAS, S. A.  
Yucatán No. 15  
México 7, D. F.  
Tel: 5-33-16-40 Ext. 158

SIDERURGICA LAZARO CARDENAS " LAS TRUCHAS, S. A.  
Yucatán No. 15  
Col. Roma  
México 7, D. F.  
Tel: 5-33-16-40 Ext. 158

SIDERURGICA LAZARO CARDENAS " LAS TRUCHAS, S. A.  
Yucatán 15  
Col. Roma  
México 7, D. F.  
Tel: 5-33-16-40

DIRECTORIO DE ASISTENTES AL CURSO DE INSTRUMENTACION Y CONTROL ELECTRONICO DE PLANTAS SIDERURGICAS ( DEL 25 DE NOVIEMBRE AL 13 DE DICIEMBRE DE 1974 )

<u>NOMBRE Y DIRECCION</u>	<u>EMPRESA Y DIRECCION</u>
8. ING. JOSE LUIS PANTOJA FERNANDEZ Cerro Gordo 220 Col. Campestre Churubusco México 21, D. F. Tel: 5-49-46-38	
9. ING. LUIS REYNOSO JIMENEZ Auer 17 Col. Vallejo México, D. F.	SIDERURGICA LAZARO CARDENAS " LAS TRUCHAS, S. A. Yucatán 15 Col. Roma México 7, D. F. Tel: 5-33-16-40
10. ING. HUGO RIVEROLL Hda. Carindapaz 11 Lomas de la Hda. Edo. de México	SOCIEDAD ELECTROMECHANICA, S. A. DE C. V. Manuel Ma. Contreras No. 25 México 4, D. F. Tel: 5-66-36-00
11. SR. JOSE R. RODRIGUEZ GODINEZ Educadores Mexicanos No. 2 Depto. 8 México, D. F.	INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL Unidad Profesional Zacatenco México, D. F.
12. SR. DAVID RUIZ R. Mar Mediterráneo 75-13 México 17, D. F. Tel: 5-27-85-93	ACEROS NACIONALES, S. A. Av. Hidalgo No. 132 Tlalnepantla, México Tel: 5-65-05-44 Ext. 41
13. ING. ROGELIO SIGRIST LOPEZ Rio Lerma 259-R Col. Cuauhtémoc México 5, D. F. Tel: 5-11-22-94	SIDERURGICA LAZARO CARDENAS " LAS TRUCHAS, S. A. Yucatán No. 15 México 7, D. F. Tel: 5-33-16-40 Ext. 158
14. SR. JUAN A. SILLER VALDES Domicilio Conocido La Perla, Chihuahua	LA PERLA, MINAS DE FIERRO, S. A. Domicilio Conocido La Perla, Chihuahua

DIRECTORIO DE ASISTENTES AL CURSO DE INSTRUMENTACION Y CONTROL ELEC-  
TRONICO DE PLANTAS SIDERURGICAS ( DEL 25 DE NOVIEMBRE AL 13 DE DI --  
CIEMBRE DE 1974 )

NOMBRE Y DIRECCION

EMPRESA Y DIRECCION

15. ING. CARLOS SMITH MAC DONALD P.  
Petén No. 425  
Col. Vertiz Narvarte  
México, D. F.  
Tel: 5-23-46-09

SECRETARIA DEL TRABAJO Y PREVISION  
SOCIAL  
Av. Rio de la Loza y Dr. Vertiz  
México, D. F.  
Tel: 5-78-56-07

16. SR. IGNACIO VELEZ CARRASCO  
Colón No. 216  
Texcoco Edo. de México  
Tel: 4-11-50

UNIVERSIDAD AUTONOMA METROPOLITANA  
Unidad Azcapotzalco

